

Mechanische und chemische Oberflächeneigenschaften von
eisenarmen Kalknatron-Silicatgläsern für solare
Anwendungen

Dissertation

zur Erlangung des Doktorgrades der Ingenieurwissenschaften
(Dr.-Ing.)

vorgelegt von

Dipl.-Geow. Sandra Cramm

aus Hannover

genehmigt von der

**Fakultät für Natur- und Materialwissenschaften
der Technischen Universität Clausthal**

Tag der mündlichen Prüfung: 23.11.2018

Vorsitzender der Promotionskommission: **Prof. Dr. Albrecht Wolter**

Hauptberichterstatter: **Prof. Dr. Joachim Deubener**

Mitberichterstatter: **apl. Prof. Dr. Harald Behrens**

für Lena

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	ii
Zusammenfassung	1
Abstract	2
1 Grundlagen	3
1.1 Werkstoff Glas	3
1.2 Die Glasstruktur	4
1.3 Das Floatverfahren	7
1.3.1 Exkurs: Walzverfahren	10
1.4 Glaskorrosion	11
1.4.1 Auslaugung und Netzwerkauflösung	12
1.4.2 Verwitterung	14
1.4.3 Einflussbedingungen auf Glaskorrosion und Glasfestigkeit	15
2 Motivation	21
2.1 Eisenarme Gläser in der Anwendung	21
2.1.1 Beschichtungen auf der Glasoberfläche	24
2.1.2 Korrosion durch verschiedene wässrige Lösungen	24
2.2 Zielsetzung	26
3 Experimentelle Methoden	28
3.1 Mechanische Methoden	28
3.1.1 Indentation	28
3.1.1.1 Typische Rissmorphologien	29
3.1.1.2 Vickers Nanoindentation 300 – 1500 mN	31
3.1.1.3 Vickers Mikroindentation 500 – 2000 gf	31
3.1.1.4 Härte H	32
3.1.1.5 Rissbildung	34
3.1.2 Bestimmung elastischer Kennwerte durch Ultraschallmessung	37
3.1.3 Dichte, molares Volumen, Packungsdichte und NBO/T	38
3.2 Optische Methoden	40
3.2.1 Rasterelektronenmikroskopie (REM) mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX)	40
3.2.2 Spektroskopie	41
3.2.2.1 UV-Bereich (250 – 380 nm)	42
3.2.2.2 sichtbarer-Bereich (380 – 780 nm)	42
3.2.2.3 Naher (780 – 3000 nm) und mittlerer Infrarotbereich (4000 – 200 cm^{-1})	42
3.2.2.4 UV/Vis Spektroskopie	43

3.2.2.5 FT-IRRS-Spektroskopie	47
3.2.3 3D Laserscanning Mikroskopie	49
3.2.3.1 Rauheit <i>Ra</i>	50
3.3 Analytische Methoden	51
3.3.1 Sekundär-Neutralteilchen-Massenspektrometer (SNMS)	51
3.3.2 Laserablations-Induktiv gekoppeltes Plasma-Massenspektrometrie (La-ICPMS)	51
3.3.3 Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA)	52
3.3.3.1 Chemische Zusammensetzung der Proben – Vergleich der Messmethoden	52
3.4 Klimaexperimente	53
3.4.1 Probenmaterial	53
3.4.2 Damp-Heat-Test im Klimaschrank (85/85)	53
3.4.3 Zyklischer Kondensationstest mithilfe eines Peltier-Elements (TEC)	54
3.4.4 Langzeitversuch über 500 Tage in verschiedenen Lösungen	57
4 Ergebnisse	60
4.1 Ausführliche Evaluierung der Ausgangsgläser	60
4.1.1 Chemische Zusammensetzung und volumetrische Eigenschaften	60
4.1.2 Eisengehalt der Gläser	65
4.1.3 Materialkonstanten und mechanische Eigenschaften	67
4.1.3.1 Materialkonstanten	67
4.1.3.2 Härte, Sprödhheit, Bruchzähigkeit und Risswiderstand	69
4.1.4 Optische Eigenschaften der Floatgläser	76
4.1.4.1 Transmission und Reflexion	76
4.1.4.2 Oberflächennahe Infrarotspektroskopie (FT-IRRS)	82
4.1.5 Auslaugung der Oberfläche	83
4.2 Klimaexperimente: 25 Tage im Klimaschrank und auf dem Peltierelement	87
4.2.1 Veränderungen der Oberflächeneigenschaften	87
4.2.1.1 Härte und Sprödhheit	87
4.2.1.2 Bruchzähigkeit und Rissbildung	91
4.2.2 Auslaugung der Glasoberflächen	95
4.2.3 Veränderungen auf der Oberfläche	100
4.2.4 Veränderungen der optischen Eigenschaften	104
4.2.4.1 Transmission, Streulicht und Reflexion	104
4.2.4.2 FT-IRRS	107
4.3 Langzeitexperiment: 500 Tage in Lösung und Dampf	110
4.3.1 Probenauswahl für das Langzeitexperiment	110
4.3.2 Zustand der Gläser nach 500 Tagen	110
4.3.3 pH-Werte der Lösungen und gelöste Ionen	117
4.3.4 Darstellung der Oberflächenveränderungen durch 3D-Lasermikroskopie und Rasterelektronenmikroskopie mit EDX Analyse	123
4.3.5 Oberflächeneigenschaften	144

4.3.5.1 Härte und Sprödeheit – Bruchzähigkeit und Rissbildung	144
4.3.5.2 Tiefenprofile der Glasoberflächen von FG1 und FG8 (SNMS)	149
4.3.6 Optische Eigenschaften	156
4.3.6.1 Transmission und Reflexion	156
4.3.6.2 FT-IRRS	161
5 Diskussion	165
5.1 Ausgangsgläser	165
5.2 Klimaexperimente	167
5.3 Langzeitexperiment	172
5.4 Schlussfolgerung	179
Anhang	184
A Evaluierung der Ausgangsgläser	184
B Tabellen und weitere Daten der Klimaexperimente	223
C Tabellen und weitere Daten der Langzeitexperimente	253
Abbildungsverzeichnis	306
Tabellenverzeichnis	317
Literaturverzeichnis	319
Danksagung	332
Lebenslauf	333

Zusammenfassung

Die Nutzung der Solarenergie ist von stetig wachsender Bedeutung. Für entsprechende Anlagen werden eisenarme Kalknatron-Silicatgläser in Form von Flachglas verwendet, die im sogenannten Floatverfahren hergestellt werden. Die Oberflächeneigenschaften dieser Flachgläser werden in dieser Arbeit in Hinblick auf ihre Korrosionsbeständigkeit untersucht.

In der solaren Anwendung muss die Transmissivität der verwendeten Gläser über einen langen Zeitraum gewährleistet sein. Es ist daher essentiell, die Korrosionsmechanismen über diese Zeitspannen zu verstehen. Ein wichtiger Aspekt der atmosphärischen Exposition ist dabei die zyklische Kondensation, die durch den Tag/Nacht-Wechsel, aber auch durch Jahreszeitenwechsel oder Transport in verschiedene Klimazonen auftritt. Um dies näher zu untersuchen, wurden Experimente im Klimaschrank durchgeführt, in denen eine zyklische Kondensation mithilfe eines Peltier-Elements einem statischen Korrosionsexperiment in Form des Damp-Heat-Tests (85% rF und 85°C) gegenübergestellt wurde. Darüber hinaus wurde ein Langzeitexperiment über 500 Tage verwirklicht. In drei verschiedenen Lösungen (deionisiertes Wasser, künstliches Meerwasser und Natriumsulfatlösung) wurden vier Gläser bei verschiedenen Temperaturen (4 °C, 20 °C, 60 °C, 85 °C und im Falle des Meerwasserversuches 105 °C) sowohl der Lösung selbst als auch der Dampfzone oberhalb der Lösung ausgesetzt. Als Versuchsmaterial diente ein Probenpool aus insgesamt 17 eisenarmen Solargläsern von verschiedenen Herstellern weltweit.

Zyklische Kondensation auf der Glasoberfläche führt, im Gegensatz zu einer gleichmäßig hohen Feuchtigkeit der Umgebungsluft, zu größeren Hydratisierungstiefen und einer charakteristischen Abreicherung mobiler Ionen wie Natrium und Calcium in oberflächennahen Schichten. Ein geringer Gehalt von 1-2 mol% Al_2O_3 wirkt in Kontakt mit wässrigen Lösungen bereits stabilisierend auf das Glas, während CaO-Gehalte > 9 mol% eine erhöhte Netzwerkauflösungsrate bedingen. Die Bildung von Verwitterungsprodukten hat eine längere Benetzung durch Feuchtigkeit zur Folge, was zu einer schnellen Änderung des pH-Wertes und einer zunehmenden Korrosionsrate führt. Durch Quell- und Schrumpfverhalten, ausgelöst durch die zyklische Änderung der Bewitterung, kommt es zu Abplatzungen an der Glasoberfläche. Es konnte darüber hinaus gezeigt werden, dass es durch silikatische Polymerisierung und andere Reorganisationsprozesse zu alternierenden Elementkonzentrationen im Tiefenprofil der Gläser und zur Bildung von Korrosionszonen mit lokalen Mikroklimata kommt. Während bei gleichmäßiger Bewitterung eine passivierende Gelschicht entsteht, ist dies bei zyklischer Kondensation nicht der Fall. Eine zyklische Methodik der Bewitterung ist somit zur Testung atmosphärisch exponierter Gläser besonders gut geeignet und führt zu neuen Erkenntnissen in einem wichtigen Bereich der Glaskorrosion.

Abstract

The use of solar energy is of increasing importance. Low iron soda-lime silica flat glass, produced by using the float process, is used for such solar energy plants. The surface properties and the corrosion resistance of these float glasses are examined in this work.

In solar application, the transmissivity of glasses must be high and stable over a long-time period. It is therefore essential to understand the corrosion mechanisms over these time periods. An important aspect of the atmospheric exposure is the cyclic condensation, which occurs through the changing of day and night, but also through seasonal changes or transport in different climate zones. For further investigations, experiments were carried out in the climate chamber. A cyclic condensation using a Peltier element was compared to a static corrosion experiment in the form of a damp heat test (85 % RH and 85 °C). In addition, a long-term experiment over 500 days was performed. In three different solutions (deionized water, artificial seawater and sodium sulphate solution) four glasses were exposed at different temperatures (4 °C, 20 °C, 60 °C, 85 °C and in the case of the seawater test 105 °C) in solution and vapor zone. The test material was taken from a pool of 17 low-iron solar glasses from various manufacturers worldwide.

Cyclic condensation on the glass surface, in contrast to uniformly high humidity of the ambient air, increases hydration depths and leads to a characteristic depletion of mobile ions such as sodium and calcium in the near-surface area. A low content of 1-2 mol% Al_2O_3 can stabilize the glass in contact with aqueous solutions, while a CaO content > 9 mol% causes an increased network dissolution rate. The formation of precipitations provokes a longer wetting time, which leads to a rapid change of pH value and an increasing alteration rate. Swelling and shrinking caused by the cyclic environmental changes increase destruction and delamination on the glass surface. In addition, it could be shown that silica polymerization and other reorganization processes lead to alternating element concentrations in depth profiles of the glasses. While a passivating gel layer is formed by weathering through the damp heat test, this is not the case during cyclic condensation. Therefore, this method of testing is well suited for atmospherically exposed glasses and leads to new findings in the research on corrosion processes especially on glasses for solar energy conversion systems.

1 Grundlagen

1.1 Werkstoff Glas

Seit etwa 50.000 Jahren spielt Glas im Leben des Menschen eine wichtige Rolle. Aus dieser Zeit stammen die ersten Funde von Mikrolithen in Europa: steinzeitliche Kleinstgeräte und Speerspitzen, die man aus Flint, Obsidian oder Quarz herstellte (1). Während es sich hierbei noch überwiegend um natürliche Gläser handelte, die der Mensch lediglich bearbeitete, begann man vor ca. 5.000 Jahren damit, Glas selbst herzustellen und als Schmuck oder Gebrauchsgegenstand zu verwenden (2). Etwa 200 Jahre v. Chr. wurde im heutigen Syrien die Glasmacherpfeife erfunden, die einen technischen Durchbruch in der Glasverarbeitung darstellte (3). Bis heute ist sie das entscheidende Instrument, um die glühend heiße Glasmasse zu einem Hohlkörper aufzublasen, der beispielsweise als Trinkglas oder Gefäß dienen kann. Auch Fensterscheiben wurden über Jahrhunderte zunächst geblasen und das Glas dann aufgeschnitten und flachgewalzt, wodurch jedoch nur kleine Fenstergrößen zu erreichen waren. Um das Jahr 1900 erfand der Amerikaner Michael Owens die automatische Flaschenblasmaschine, etwas später erleichterte auch ein Verfahren zur maschinellen Herstellung von Flachglas die Deckung des zunehmenden Bedarfs an Glas als Behälter- oder Bauglas (3). In diese Zeit zu Beginn des 20. Jahrhunderts fällt auch das Wirken von Otto Schott, der als Chemiker und Glastechniker umfangreiche wissenschaftliche Untersuchungen anstellte und somit den Grundstein der heutigen Glasforschung legte.

Heute ist eine Welt ohne Glas undenkbar. Aus Glas werden Spiegel, Linsen, Fensterscheiben, Trinkgläser oder Flaschen gefertigt, es kann beliebig in Form geblasen, gegossen oder gezogen werden. McFarlane und Martin fassten 2004 in *Science* eindrucksvoll zusammen: „Glas half dabei, das Verständnis der Natur und der Physik zu beschleunigen, da es den Bau neuer wissenschaftlicher Instrumente ermöglichte: Mikroskope, Teleskope, Barometer, Thermometer und vieles mehr. Glas öffnete den Menschen im wahrsten Sinne des Wortes die Augen für neue Möglichkeiten. [...] Ohne transparentes Glas hätte es keine Dampfmaschine gegeben, keinen Verbrennungsmotor, keine Elektrizität, keine Glühbirne, keine Kamera und keinen Fernseher. Weder Hooke, van Leeuwenhoek, Pasteur noch Koch hätten die Möglichkeit gehabt, Mikroorganismen unter dem Mikroskop sichtbar zu machen.“ (4)

Glas war somit schon immer ein Inbegriff des Fortschritts und der Wissenschaft. Im 21. Jahrhundert steht die Forschung nun vor neuen Herausforderungen. Besonders zur Deckung des weltweit steigenden Energiebedarfs rückt Glas in den Fokus.

1.2 Die Glasstruktur

Der Begriff **Glas** ist längst in unseren Sprachgebrauch übergegangen und kann sowohl Form als auch Material bezeichnen. Tatsächlich ist auch die Definition von Glas im wissenschaftlichen Sinne nicht ganz einfach, hat jedoch wie folgt Einzug in eine deutsche Norm gehalten: „Glas ist ein anorganisches Schmelzprodukt, das im Wesentlichen ohne Kristallisation erstarrt“ (5). Pfaender präzisiert die Definition wie folgt: „Glas sind alle Stoffe, die strukturell einer Flüssigkeit ähneln, deren Zähigkeit bei normalen Umgebungstemperaturen aber so hoch ist, dass sie als fester Körper anzusprechen sind. Im engeren Sinne wird der Begriff Glas für alle anorganischen Verbindungen angewendet, die diese Grundeigenschaften besitzen.“ (3).

In physikochemischer Hinsicht ist Glas eine unterkühlte Flüssigkeit, die sich im metastabilen Gleichgewicht befindet (6). Während häufig beim Abkühlen einer Schmelze am Schmelzpunkt T_S Kristallisation einsetzt, gibt es bei Glas einen sogenannten Transformationsbereich T_G . Der Grund für die Glasbildung sind die räumlich vernetzten $[\text{SiO}_2]$ -Tetraeder, deren Bindungen für eine Kristallbildung aufgebrochen werden müssten. Die Viskosität steigt beim Abkühlen stetig an, bis aus der Flüssigkeit schließlich ein amorpher Festkörper geworden ist. Der Transformationsbereich für handelsübliches Floatglas liegt bei etwa 525 – 545 °C (3). Ein nichtkristallines Produkt der erfolgten Abkühlung weist stets eine geringere Packungsdichte auf und hat somit ein höheres Volumen als ein Kristall gleichen Gewichts.

In Anbetracht der Tatsache, dass Flüssigkeiten eine ungeordnete Struktur haben, ging man bereits sehr früh davon aus, dass auch Glas im Gegensatz zum Kristall eine ungeordnete Struktur haben müsse. Die ersten Erkenntnisse zur sogenannten Netzwerkhypothese stammen von Zachariasen aus dem Jahr 1932 (7). In einem Glas ist somit eine Nahordnung, jedoch keine Fernordnung des dreidimensionalen Netzwerkes vorhanden. Das Hauptstrukturmerkmal eines silicatischen Glases bilden die $[\text{SiO}_2]$ -Tetraeder, die das unregelmäßige Netzwerk aufbauen und in der Regel über ihre Ecken miteinander verknüpft sind. Darüber hinaus gibt es jedoch noch weitere *Netzwerkbildner* die ein Glas aufbauen können. Neben Silizium (Si) sind dies Germanium (Ge), Bor (B), Arsen (As) und Phosphor (P).

Einen Einfluss auf diese Netzwerkstruktur haben die Alkalioxide, durch deren Zugabe das Netzwerk modifiziert werden kann. Zu den am häufigsten verwendeten *Netzwerkwandlern* zählen die Kationen Natrium (Na^+), Lithium (Li^+), Calcium (Ca^{2+}) und Kalium (K^+). Alkalioxide werden vor allem zur Erniedrigung des Schmelzpunktes verwendet, um die Verarbeitungseigenschaften des Glases zu verbessern. Wird nun beispielsweise Na_2O in die Struktur eingebaut, löst sich der bisher geschlossene Verband der $[\text{SiO}_2]$ -Tetraeder, die über

Brückensauerstoffe miteinander verbunden sind. Jedes eingeführte Na^+ -Ion führt hier zu einem *Trennstellensauerstoff* (6). Einen Überblick über diese Veränderungen der Struktur bietet Abbildung 1.

Steigt der Alkaligehalt soweit, dass keine Si-O-Si-Brückenbindung mehr stattfinden kann, erfolgt keine Glasbildung mehr, es kommt zur Kristallisation. Netzwerkwander sind Kationen mit geringen Feldstärken, Netzbildner verfügen hingegen über eher höhere Feldstärken. Dazwischen liegt der Bereich der *Zwischenoxide*, die sowohl als Netzwerkwander als auch als -bildner fungieren können. Zu ihnen gehören Aluminium (Al), Magnesium (Mg), Blei (Pb) und Zink (Zn).

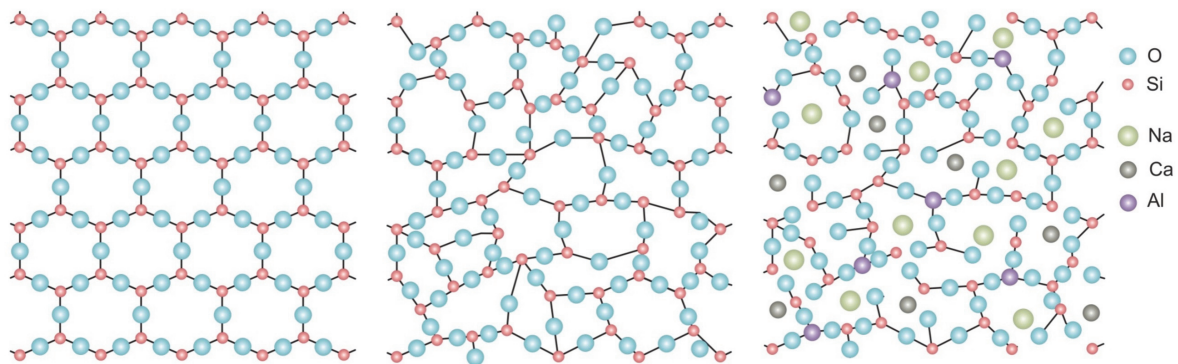
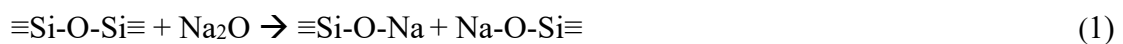


Abbildung 1: Ebene Darstellung eines regelmäßigen SiO_2 -Kristallnetzwerks (links), eines unregelmäßigen SiO_2 -Glasnetzwerks (Mitte) und eines Netzwerks von Kalknatron-Floatglas (rechts). Beim Kalknatron-Silicatglas führt der Einbau von Natrium- und Calcium-Ionen zu Trennstellensauerstoffen, darüber hinaus kann Silizium teilweise durch Aluminium substituiert werden (verändert nach (6)).

Trennstellenbildung ist also eine der wichtigsten Eigenschaften der Alkalioxide, denn sie schwächt die Glasstruktur. Dies lässt sich mit Hilfe einer vereinfachten Reaktionsgleichung für das Alkalioxid Na_2O darstellen (6):



Ebenso lässt sich auch der Einbau von Erdalkalioxiden beschreiben, bei denen CaO am häufigsten im Glas vorkommt. Wie auch beim Na_2O entstehen Trennstellensauerstoffe, jedoch ist die Ca-O-Bindung wegen der Wertigkeit 2 des Ca^{2+} -Ions deutlich stärker als die Na-O-Bindung. Dadurch erhalten die beiden gebildeten Trennstellensauerstoffe über das Ca^{2+} eine Bindung (6).

Die ternären Gläser aus dem System $\text{Na}_2\text{O-CaO-SiO}_2$ bilden die Grundlage der üblichen industriell gefertigten Hohl- und Flachgläser. Dieses Strukturprinzip lässt sich auch auf Gläser

mit anderen Erdalkalioxiden übertragen, wobei das Mg^{2+} -Ion eine besondere Stellung einnimmt. Mit seinem Ionenradius von 0,078 nm kann es unter bestimmten Bedingungen mit der Koordinationszahl 4 auftreten. Es steht damit in seiner Strukturwirkung zwischen den Netzwerkwandlern und Netzbildnern. Die Ausbildung von $[\text{MgO}_4]$ -Tetraedern ist aber nur durch Schaffung eines Wertigkeitsausgleichs möglich, also dann, wenn genügend Alkaliionen (R) vorhanden sind. Mg^{2+} fungiert hauptsächlich dann als Netzbildner, wenn das Verhältnis $\text{R}^+ : \text{Mg}^{2+}$ groß ist (6). Ist das Verhältnis kleiner als 1,33, dann tritt das zusätzliche Mg in Form von $[\text{MgO}_6]$ -Oktaedern in die Glasstruktur ein (8).

Das Al^{3+} -Ion hat einen Radius von 0,057 nm und liegt somit an der Grenze zwischen 4er und 6er Koordination. Auch hier hängt es vom Bindungszustand der O^{2-} -Ionen und somit der Glaszusammensetzung ab, welche dieser Koordinationen sich einstellt. Im Kalknatron-Silicatglas hat das Al^{3+} -Ion die Möglichkeit, mit den leicht polarisierbaren Trennstellensauerstoffen $[\text{AlO}_4]$ -Koordinationen aufzubauen, wodurch es zum Netzwerkwandler wird. Ein Al^{3+} -Ion kann an die Stelle eines Si^{4+} -Ions in der Glasstruktur treten, wobei jedoch wegen der verschiedenen Wertigkeiten der Ionen ein Wertigkeitsausgleich durch Alkaliionen geschaffen werden muss. Werden also 2 SiO_2 durch 1 Al_2O_3 ersetzt, bildet das benachbarte Alkaliion (R) keine Trennstelle mehr, wodurch eine Verfestigung der Glasstruktur erreicht wird. Um diesen Effekt zu erzielen, darf das molare Verhältnis $\text{R}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3$ jedoch nicht kleiner als 1 sein, da dann zu wenig Alkaliionen für den Wertigkeitsausgleich zur Verfügung stünden (6).

Sulfationen (SO_4^{2-}) können über das Gemenge (beispielsweise in Form von Na_2SO_4) als auch durch Lösung von SO_3 bzw. $\text{SO}_2 + \text{O}_2$ aus der Gasphase in das Glas gelangen. Der Einbau erfolgt als SO_4^{2-} -Ion, das zum Wertigkeitsausgleich 2 Na^+ -Ionen benötigt. In üblichen Kalknatron-Silicatgläsern kann sich nicht mehr als 1 Gew% SO_3 lösen, da es sonst zur Entmischung kommt, die sich auf der Glasoberfläche als Na_2SO_4 -Schmelze, die sogenannte Galle, bemerkbar macht (6).

Die Korrosionsbeständigkeit eines Glases hängt zum großen Teil von der Glaszusammensetzung ab. Allgemein kann man sagen, dass die Korrosionsbeständigkeit zunimmt

- bei geringerem Alkaligehalt (respektive höherem Silicatgehalt)
- bei kleineren Ionenradien der Alkali-Ionen
- wenn ein Teil des Silicats durch andere divalente Oxide ersetzt wird (9).

Aluminiumoxid (Al_2O_3) wird in vielen handelsüblichen Gläsern verwendet, da es das Schmelzen des Glases vereinfacht und seine Beständigkeit erhöht. Bei einem pH-Wert $\leq 3,2$ ist Al^{3+} die vorherrschende Spezies, die aus der Glasoberfläche gelöst wird. Im alkalischen

Bereich entsteht AlO_2^- , was im Bereich $\text{pH} \geq 14$ an Bedeutung gewinnt. Eine Al_2O_3 -Zugabe erhöht aus diesem Grund die Alkalibeständigkeit des Glases. Al_2O_3 wird H^+ -empfindlich bei $\text{pH} \leq 4$ während bei $\text{pH} \geq 4$ Kationen an der oberen hydratisierten Aluminiumschicht adsorbiert werden. Bei einem pH-Wert unter 4 geht hingegen Al^{3+} in Lösung, die Kationensensitivität der Oberfläche geht somit verloren (9).

Die Zugabe von Calciumoxid (CaO) in einem binären Alkali-Silicatglas erhöht dessen Beständigkeit. Obwohl bei einem niedrigen pH-Wert die Laugung von Calcium aus dem Glas bevorzugt ablaufen müsste, ist dies nicht der Fall. Die Kieselsäure ionisiert nicht und hat eine hohe Aktivierungsenergie, die die Calcium-Ionen an deren Diffusion hindert, deshalb ist Ca-haltiges Glas bis $\text{pH} = 10$ sehr beständig (10).

Wird ein Teil des Na_2O -Gehalts durch einen äquivalenten Anteil an CaO ersetzt, geht die Extraktion von Na_2O durch ein Lösungsmedium stark zurück. Eine Zunahme dieses Effekts ist jedoch nur bei einer Zugabe von $< 10 \text{ mol\%}$ CaO erkennbar, darüber hinaus ist die Veränderung in der Löslichkeit von Na_2O nahezu zu vernachlässigen (9). Dahingegen steigt die Löslichkeit von SiO_2 bei einem Gehalt von $> 10 \text{ mol\%}$ CaO im Glas und einem Lösungsmedium mit dem pH-Wert 10 wieder deutlich an.

Künstliche Gläser können grundsätzlich an Hand ihrer Zusammensetzung unterschieden werden, dann spricht man beispielsweise von Kalknatron-Silicatglas, Borosilicatglas oder Bleiglas. Unterscheidet man ihre Form, so können Gläser als Flachglas (Floatglas, Walzglas, gezogenes und poliertes Glas), Hohlglas bzw. Behälterglas oder auch Spezialglas (Glasröhren, Glasfasern) auftreten. Für solare Anwendungen wird grundsätzlich Flachglas verwendet, bis auf einige Spezialanwendungen in Entsalzungsanlagen, in denen auch Glasröhren zum Einsatz kommen. In dieser Arbeit liegt besonderes Augenmerk somit auf Kalknatron-Silicatglas, das als Flachglas im Floatverfahren als das sogenannte *Floatglas* hergestellt wird.

1.3 Das Floatverfahren

Das Floatverfahren wurde von der Firma Pilkington Brothers Ltd. in Großbritannien entwickelt. Im Jahr 1962 vergab die Firma erste Lizenzen hierfür an Spiegelglashersteller. Durch das sogenannte „Floaten“ konnten erstmals hervorragende Glasqualitäten zu besonders günstigen Preisen hergestellt werden, weshalb es heute das meistverwendete Verfahren zur Herstellung von Flachglas ist. Flachglas findet man nicht nur als Fensterglas und Spiegelglas wieder, es wird auch in der Automobilindustrie, als Basis für Sicherheitsglas, in Displays, für Photovoltaik- und Solaranlagen und in vielen weiteren Bereichen verwendet.

Beim Floatverfahren „schwimmt“ die Glasschmelze auf einem Bad aus flüssigem Zinn, was dank unterschiedlicher Dichten der beiden Materialien möglich ist. Hierbei entsteht unter dem Einfluss der Schwerkraft eine völlig ebene Grenzfläche. Darüber hinaus erfüllt Zinn als einziges Material die Voraussetzung, bei 600 °C bereits flüssig zu sein, aber bei 1000 °C noch keinen störenden Dampfdruck zu entwickeln (3).

Durch Orientierung von Zahnrädern (Toproller), die an den Seiten des Floatbandes aufliegen, kann Glas mit einer Stärke von 0,4 bis 24 mm hergestellt werden (11). Die Wanne eines Zinnbades kann bis zu 60 m lang sein und an deren Ende befinden sich Rollen, über welche die Glasplatte weiter transportiert wird (3). Der Prozess findet unter Schutzgas- bzw. Formiergas-Atmosphäre (90 – 95 % N₂ und 5 – 10 % H₂) statt, um Oxidation zu vermeiden. Im Verlauf des Floatens wird die Temperatur von etwa 1000 °C auf 600 °C abgesenkt, schließlich wird das Glas im Kühltunnel auf 200 °C weiter abgekühlt. Bei der Herstellung werden die spezifischen Eigenschaften des Kalknatron-Silicatglases berücksichtigt, dessen Verarbeitungstemperatur bei 1015 – 1045 °C, die Erweichungstemperatur bei 710 – 735 °C und die Transformationstemperatur bei 525 – 545 °C liegen (3).

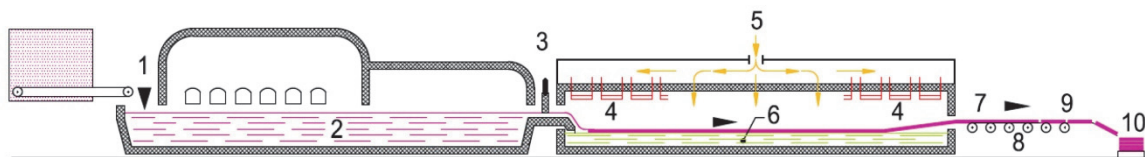


Abbildung 2: Das Floatverfahren im Schema. 1) Eingabe Gemenge, 2) Glasschmelze in der Schmelzwanne, 3) Regelschieber am Überlauf, 4) Heizung, 5) Einlass Formiergas, 6) Zinnbad, 7) Floatglas, 8) Transportband, 9) Schneiden, 10) Lagern (verändert nach (3)).

Zinn (Sn) ist gegenüber Glas chemisch relativ inert, jedoch kommt es trotzdem zu Diffusions- und Redoxprozessen an der Glasoberfläche. Im heißen Einlassbereich werden zunächst Eisen- und Natriumionen reduziert und in der Zinnschmelze angereichert, wodurch eine Zinndiffusion in das Glas ermöglicht wird. Im kälteren Endbereich der Floatkammer oxidiert die Zinnschmelze durch eindringenden Sauerstoff, wodurch sich die Zinn- und Eisenoxide SnO und FeO bilden, welche im Glas löslich sind. Beim Austritt aus der Floatkammer können Calciumionen mit der Atmosphäre reagieren, sodass es zur Bildung von CaCO₃, CaSO₄ oder Ca(OH)₂ auf der Zinnbadseite kommt.

Durch die Anreicherung von Sn²⁺ in der Glasoberfläche verändern sich die physikalischen Eigenschaften des Glases. Eine Diffusion erfolgt etwa bis in eine Tiefe von 12 – 40 µm, was parallel dazu mit einer Abreicherung von Eisen verbunden ist. Ausschlaggebend für die Diffusionstiefe ist u.a. der Gehalt an Fe³⁺ im Glas. Neben der Verarmung an Eisen können

auch Abreicherungen von Alkali- und Erdalkalitionen wie Na^+ und Ca^{2+} beobachtet werden (12).

Die Veränderung der Glasoberfläche äußert sich schließlich durch einen höheren Brechungsindex und Fluoreszenz unter Bestrahlung mit UV-Licht, aber auch die mechanischen Eigenschaften werden beeinflusst. Le Bourhis führte Untersuchungen an Zinnoxidhaltigen Gläsern durch und stellte fest, dass deren Vickers Härte im Vergleich zu Kalknatron-Silicatgläsern um etwa 20 % erhöht war (13). Darüber hinaus kann Sn^{2+} durch thermisches Biegen oder Beschichten zu Sn^{4+} oxidiert werden, wodurch es zu einem kleineren Ionenradius und einer größeren Feldstärke kommt. Aus einem Netzwerkandler wird in diesem Fall ein Netzwetkbildner (6). Dies ist der Grund für den sogenannten „Bloom-Effekt“, der besonders bei eisenoxidadarmen Gläsern auftritt. Hierbei kommt es zu Aufwerfungen auf der Oberfläche sowie zu einer bläulichen Opaleszenz durch Abscheidung von SnO_2 .

Das spezielle Herstellungsverfahren ist also der Grund dafür, dass Floatglas zwei verschiedene Seiten mit unterschiedlichen Eigenschaften hat: Die sogenannte Zinnbad-Seite und die Luft-Seite. Auf jeder Seite bildet sich im oberflächennahen Bereich ein spezifisches Tiefenprofil der Elemente aus der Grundglas-Zusammensetzung, welches Einfluss auf das Korrosionsverhalten nimmt und sich von Produkt zu Produkt unterscheiden kann, da es direkt von den Bedingungen der Herstellung abhängig ist. Während die Luftseite des Floatglases im Verlauf des Herstellungsprozesses lediglich in Kontakt mit der Schutzgasatmosphäre kommt, erfolgt auf der unteren Badseite eine Diffusion von Zinn in das Glas hinein. Dabei findet man die höchste Sn-Konzentration in einer Tiefe von 100 – 200 nm unter der Glasoberfläche (14) (15). Während Sn^{2+} an der Oberfläche dominiert, findet man Sn^{4+} hingegen in tieferen Diffusionsbereichen. Bei Gläsern mit hohem Fe_2O_3 -Gehalt kommt es zu einem *Tin-Hump*, also einer Zinn-Anreicherung in einer Tiefe von 5 – 7 μm unterhalb der Glasoberfläche. Dieses Phänomen wird dadurch erklärt, dass Zinn in Form von Sn^{2+} in das Glas diffundiert und zu Sn^{4+} oxidiert wird, wenn das Glas das Zinnbad verlässt (16) (17).

Die Zinnbadseite eines Floatglases unterscheidet sich durch seinen Zinngehalt deutlich vom Zustand des Glases im Inneren (*bulk glass*), jedoch weist auch die Luftseite Veränderungen auf. Trotz Schutzgasatmosphäre treten bereits bei der Herstellung und Abkühlung des Glases Oxidationsprozesse auf, die spätestens dann fortschreiten, wenn das Glas unter üblichen Raumklimabedingungen geschnitten und gelagert wird. Eine Glasscheibe ist also immer bereits mehr oder weniger korrodiert, bevor eine Beschichtung (beispielsweise als Korrosionsschutz oder zur Erhöhung der Transmission) aufgebracht werden kann, was dann unter Umständen zu Problemen bei der Haltbarkeit und Ebenmäßigkeit des sogenannten Coatings

führt. Dadurch, dass die Luftseite des Floatglases nicht in Kontakt mit dem Zinnbad kommt und keine Sn-Diffusion in das Glas erfolgt, zeigt sie sich anfälliger für Korrosion und hydratisiert deutlich schneller, was unter anderem zur Reduzierung der mikromechanischen Härte und anderer Veränderungen oberflächendominierender Eigenschaften führt (18).

Im Floatverfahren hergestellte Flachgläser unterscheiden sich von Walzgläsern, die für Solaranlagen der 1. Generation verwendet werden, oder auch den sehr dünnen Gläsern für elektronische Geräte wie Smartphones, Tablets oder TV-Geräte. Letztere werden während des Herstellungsprozesses gezogen, außerdem handelt es sich dabei nicht um Kalknatron-Silicatgläser. Darüber hinaus werden auch Unterschiede in der Korrosionsstabilität deutlich, die aus der chemischen Gesamtzusammensetzung der Gläser resultieren. Kalknatron-Silicatgläser zeigen unter humiden Bedingungen eine geringere Anfälligkeit gegenüber mechanischer Beanspruchung als beispielsweise Borosilicatgläser, obwohl diese grundsätzlich härter sind und als langlebiger gelten (19). Diese spezielle Eigenschaft von Kalknatron-Silicatglas ist auf die Bildung von Hydronium-Ionen auf der an Natrium verarmten Oberfläche zurückzuführen. Der Grund hierfür ist der höhere Gehalt an Alkalien im Vergleich zu Borosilicatgläsern, der zu einer insgesamt höheren Basizität und somit zu schnell einsetzender Reaktion mit Wasser aus der Umgebungsluft führt. Die Bedeutung der Grundzusammensetzung der Gläser wird besonders vor dem Hintergrund deutlich, dass auch Borosilicatgläser (wie auch Lithiumalumosilicatgläser) gefloatet werden, somit also den gleichen Herstellungsprozess wie Kalknatron-Silicat-Flachglas durchlaufen, trotzdem aber in ihren Eigenschaften große Unterschiede zeigen.

1.3.1 Exkurs: Walzverfahren

Walzglas, auch Gussglas genannt, wird ebenfalls für solare Anwendungen verwendet. Bei der Herstellung dieses Flachglases wird die Glasschmelze nicht auf ein Zinnbad ausgegossen, sondern das zähflüssige Glas gelangt nach dem Ausfließen aus der Schmelzwanne zwischen zwei wassergekühlte Formwalzen. Der Abstand dieser Walzen bestimmt die spätere Dicke des Glases. Soll das Glas eine Oberflächenstruktur erhalten, können hierfür geeignete Walzen mit strukturierter Oberfläche verwendet werden. Das Glasband wird im weiteren Verlauf der Herstellung zunächst wieder bis auf 800 °C erwärmt und anschließend im Kühltunnel langsam heruntergekühlt, um Spannungen zu vermeiden (3). Walzgläser kommen besonders bei solaren Anlagen der 1. Generation wie c-Si-Modulen zur Anwendung. Durch die strukturierte Oberfläche kann die Lichtausbeute höher sein, jedoch sind die Gläser dadurch

auch korrosionsanfälliger bzw. verschmutzen schneller, da das Wasser aus Niederschlägen nicht so leicht abfließen und somit auch vorhandene Verschmutzungen nicht abspülen kann.

1.4 Glaskorrosion

Glas hat besonders gegenüber Säuren eine hohe chemische Beständigkeit, weshalb besonders Borosilicatgläser in der Medizin, im Labor und auf weiteren Gebieten als Behälterglas Anwendung finden. Trotzdem ist Glas kein unendlich resistentes Material. Kommt es mit Wasser oder wässrigen Lösungen in Kontakt, kommt es zu einer chemischen Reaktion. Die augenfälligsten Folgen sind eine erhöhte Oberflächenrauheit und eine Verringerung der Transmissivität, d.h. eine Trübung des Glases. Vereinfacht kann man dies auf zwei Grundreaktionen zurückführen: die *Auslaugung* und die *Netzwerkauflösung* des Glases.

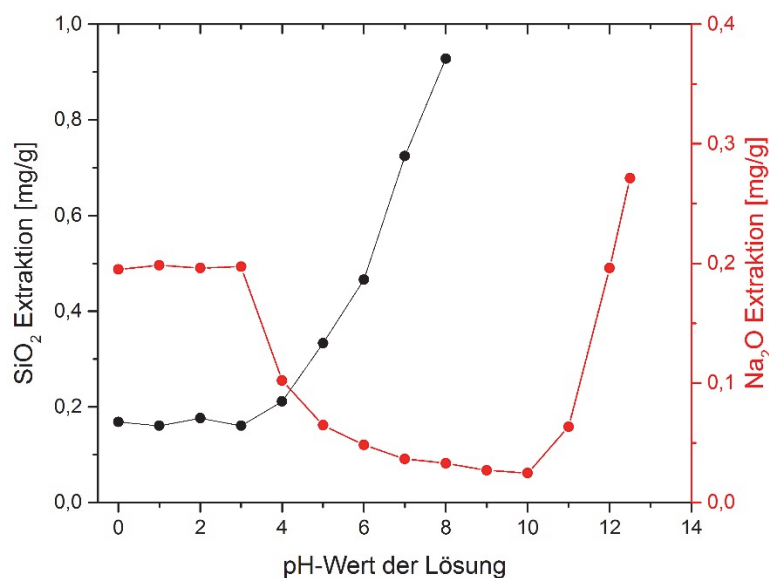


Abbildung 3: Abhängigkeit der Extraktion von SiO₂ und Na₂O vom pH-Wert (Glasgrieß des Systems Na₂O-MgO-Al₂O₃-SiO₂ in wässriger Lösung) (nach (20)). Während die Extraktion von SiO₂ bereits bei einem pH-Wert von > 4 deutlich ansteigt, ist dies bei Na₂O erst ab einem pH-Wert von > 10 der Fall. Darüber hinaus gibt es hier eine erhöhte Na-Löslichkeit im sauren Bereich von pH 0 - 4.

Die Intensität dieser Reaktionen hängt in hohem Maße vom pH-Wert der wässrigen Lösung ab, wie Abbildung 3 verdeutlicht. Silicatgläser lassen sich bei hohen pH-Werten > 10 besonders gut lösen. Es zeigt sich, dass besonders die Löslichkeit von SiO₂ bereits ab einem pH-Wert von 3 stetig steigt (bei steigender Basizität der Lösung), was zur Netzwerkauflösung führt. Die Löslichkeit von Na₂O nimmt hingegen bei pH 3 zunächst ab und steigt erst ab pH 10 wieder schnell an, was eine Auslaugung des Glases herbeiführt.

Ist die Glasalteration über einen längeren Zeitraum erfolgt und sehr weit fortgeschritten, kommt es zur Bildung von Ausfällungen und Neokristallisaten an der Glasoberfläche, zur Bildung einer „Gelschicht“ oder gar zum Abplatzen der korrodierten Oberflächenschichten. Auch wenn augenscheinlich wenige einfache chemische Reaktionen der Korrosion von Glas zugrunde liegen, treten diese doch in Wechselwirkung miteinander und sind von vielen Einflussbedingungen abhängig. Conradt (2008) unterscheidet nach erfolgter Korrosion grundsätzlich die zwei Bereiche „Restglas“ und „wässriges System“. Das Restglas besteht aus dem Grundglas sowie einer alterierten Oberflächenschicht und ist durch eine Adsorptionsschicht vom wässrigen System getrennt. Dieses besteht aus dem unmineralisierten bzw. amorphen Glas und den kristallinen Niederschlägen sowie der wässrigen Korrosionslösung, wie Abbildung 4 zeigt (21).

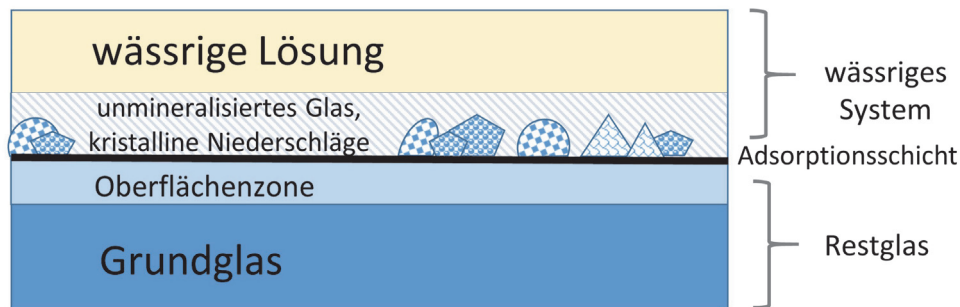


Abbildung 4: Korrodierte Glasoberfläche mit den zwei Bereichen „Restglas“ und „wässriges System“, die durch eine Adsorptionsschicht voneinander getrennt sind (verändert nach Conradt 2008 (21)).

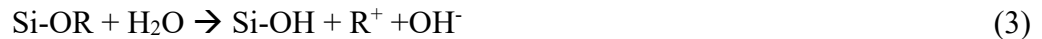
1.4.1 Auslaugung und Netzwerkauflösung

Die Glas-Wasser-Reaktion läuft in zwei Schritten ab (22) (23) (24):

1) Auslaugung: Es kommt zum Ionenaustausch der Natrium-Ionen des Glases mit den Wasserstoff-Ionen der Lösung, wobei das Glasnetzwerk zunächst nicht angegriffen wird. Danach kann eine Zunahme der Oberflächenrauheit beobachtet werden (25) und es kommt zur Ausbildung einer SiO₂-reichen Gelschicht mit hydratisierten Mikroporen (26). Die treibende Kraft ist dabei der Ionenaustausch. H⁺-Ionen diffundieren in das Glas und besetzen dort die freigewordenen Plätze des Natriums. Zugrunde liegt folgende Reaktion:



Es wird ersichtlich, dass durch den Ionenaustausch eine Erhöhung des pH-Wertes durch Bildung des stark alkalischen Natriumhydroxids (NaOH) in der Lösung erfolgt. Dies treibt die Reaktion weiter voran. Na^+ ist sehr mobil und spielt während der Auslaugung zunächst die größte Rolle, jedoch gilt diese Reaktion gleichsam für alle Alkali-Ionen, sodass man allgemein folgende Gleichung aufstellen kann (9):



2) Netzwerkauflösung: Es folgt ein Zusammenbruch der Glasstruktur und die Auflösung des Glases, dieser Schritt der Glaskorrosion ist ab pH 9 der bestimmende Parameter. Voraussetzung hierfür sind OH^- -Ionen auf der Glasoberfläche, woraufhin es zur folgenden Reaktion mit den Siloxangruppen des SiO_2 -Netzwerks kommt:



Der Nichtbrückensauerstoff, der hierbei entsteht, reagiert mit einem weiteren Wassermolekül wobei ein Hydroxylion entsteht:



Das im zweiten Reaktionsschritt freigesetzte Hydroxylion (OH^-) reagiert wiederum mit einer Siloxangruppe, sodass sich der Vorgang bis zur vollständigen Lösung des Glases wiederholen kann. Dies wird auch als Autokondensation bezeichnet (9):



Conradt (2008) fasst die wichtigsten Mechanismen der Korrosion wie folgt zusammen: 1) Ein elektrochemisches Oberflächengleichgewicht stellt sich ein. Die Dichte der Oberflächenzone des Glases nimmt ab, während der Polymerisationsgrad zunimmt. 2) Es kommt zum Austausch der mobilen Ionen zwischen Lösung und Glasoberfläche. 3) Das Kieselsäuregerüst löst sich im weiteren Verlauf der Korrosion auf. 4) Es kommt auf Grund der Polymerisationsneigung des SiO_2 zur Kondensation von Silanol- zu Siloxangruppen. 5) Ein schneller Stoffaustausch zwischen Grundglas und Lösung durch die alterierte Oberflächenzone hindurch wird möglich (21). Die zugrundeliegenden Reaktionen verdeutlicht Abbildung 5.

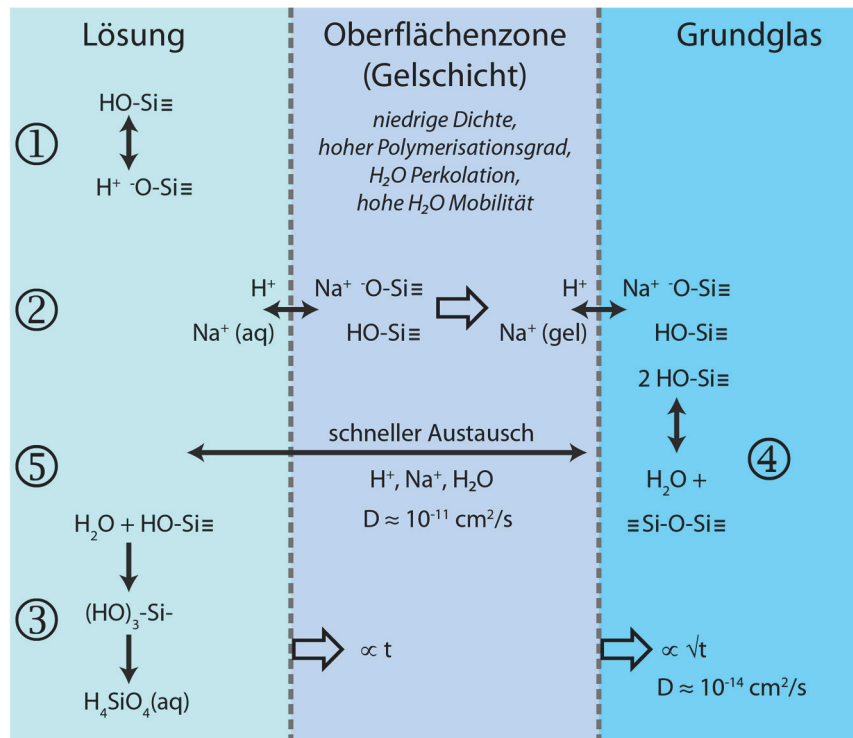


Abbildung 5: Reaktionskinetik eines Silicatglases bei Exposition in wässriger Lösung (nach Conradt 2008 (21)). 1) elektrochemisches Oberflächengleichgewicht, 2) Ionenaustausch, 3) Auflösung Kieselsäuregerüst, 4) Kondensation von Silanol- zu Siloxangruppen, 5) schneller Stoffaustausch zwischen Grundglas und Lösung.

1.4.2 Verwitterung

Durch atmosphärische Wechselwirkungen bedingte Glaskorrosion wird als *Verwitterung* bezeichnet. Grundsätzlich läuft hier die genannte Glas-Wasser-Reaktion ab, es gibt jedoch weitere spezielle Einflussfaktoren. Clark et al. unterscheiden hier zwischen abfließendem Kondensat (*Weathering Type 1*) und einem beständigen Kondensationsniederschlag auf der Glasoberfläche (*Weathering Type 2*) (26).

Beim sogenannten *runoff* des Typ 1 kommt es zur Akkumulation größerer Tropfen, die schließlich von der Glasoberfläche ablaufen, dies ist z.B. bei Niederschlag (Regen) der Fall. Hierbei wird die Lösung stetig erneuert und Reaktionsprodukte fortgetragen (eine „nicht statische Korrosion“). Na^+ -Ionen diffundieren aus dem Glas heraus und werden durch H^+ -Ionen ersetzt. Bei Typ 2 bleiben die Reaktionsprodukte in einer Art „Nebel“, d. h. im Kondensat auf der Oberfläche erhalten (eine „statische Korrosion“). Na^+ -Ionen werden nicht fortgetragen und können beispielsweise mit CO_2 kristalline Salze bilden. Dies geschieht besonders in einer Umgebung mit zyklisch wechselnden Temperatur- oder Luftfeuchtigkeitsbedingungen. Da bereits ein gewöhnlicher Tag-/Nacht-Zyklus diesen Wechsel bedingen kann,

ist dies nicht zuletzt ein Problem bei der Lagerung bereits produzierter Glasscheiben. Auch der Transport von Gläsern durch verschiedene Klimazonen kann diesen Effekt hervorrufen.

Clark et al. beschreibt lediglich diese beiden Typen der Verwitterung, er geht also immer von Kondensat- bzw. Tropfenbildung auf der Oberfläche aus. Tatsächlich hat aber auch eine hohe Luftfeuchtigkeit bei hoher Temperatur, d.h. ohne direkte Kondensatbildung auf dem Glas einen Verwitterungseffekt, der zwar ebenfalls statisch ist, sich jedoch vom genannten Typ 2 unterscheidet. Diesem Prozess wird in dieser Arbeit durch Anwendung des Damp-Heat-Tests Rechnung getragen (vergl. Absatz 3.4.2).

1.4.3 Einflussbedingungen auf Glaskorrosion und Glasfestigkeit

Es sind diverse Ursachen für eine Zunahme der Korrosionsrate, aber auch Gründe für eine verringerte Korrosionsrate bekannt. Alle diese Effekte treten miteinander in Wechselwirkung, was es nahezu unmöglich macht eine exakte Bestimmung der einzelnen Effekte für ein spezifisches Glas vorzunehmen.

Auslaugungsrate

Die Auslaugungsrate Q von Alkali ist eine Funktion der Zeit, wobei t die Zeit sowie a und b empirische Konstanten darstellen (Menge Alkali und Menge Glas) (9):

$$Q = a\sqrt{t} + bt \quad (7)$$

Möchte man diese Rate grafisch als Lösungsrate (mg Alkali/g Glas) gegen die Zeit auftragen, ermöglicht dies folgende Gleichung:

$$\frac{d \log Q}{d \log t} = \left(\frac{a}{2\sqrt{t}} + b \right) \left(\frac{1}{(a/\sqrt{t}) + b} \right) \quad (8)$$

Im Verlauf entsprechend langer Zeiträume und durch Erhöhung der Temperatur wird diese Auslaugungsrate einen Wert zwischen $\frac{1}{2}$ und 1 annehmen.

Beschaffenheit der Glasoberfläche

Bereits in der ersten Hälfte des 20. Jahrhunderts machten sich viele Wissenschaftler daran, die Festigkeit von Gläsern zu untersuchen und möglichst genau zu bestimmen. Dabei entdeckte man, dass es einen deutlichen Unterschied zwischen theoretischer und effektiver Festigkeit

eines Glases gibt. Die im Experiment an massivem Glas gemessene Festigkeit von lediglich 5 kp/mm^2 stand einer berechneten Festigkeit von 1000 bis 3000 kp/mm^2 gegenüber (27). Um diese Diskrepanz zu erklären, gab es verschiedene Ansätze. Einen davon lieferte Griffith bereits 1920: Nach seiner Theorie sind zahllose mikroskopisch kleine Risse im gesamten Glas für die geringere effektive Festigkeit verantwortlich (28). Diese Risse haben eine halbelliptische Form, sie werden auch als Griffithsche Taschen bezeichnet und sollen als Spannungszentren wirken, an denen der Bruchvorgang früher einsetzt als an fehlerlosem Glas (27).

Littleton formulierte hingegen, dass bei der Messung der Glasfestigkeit nicht die wirkliche Festigkeit gemessen würde, sondern lediglich die Schwäche der Oberfläche (29). Die Erkenntnis, dass Fehler an der Glasoberfläche wesentlich schwerwiegender sind als im Glasinneren, hat auch heute nicht an Bedeutung verloren. Man geht davon aus, dass Maßnahmen zur Verbesserung der Glasfestigkeit primär an der Glasoberfläche ansetzen müssen. Man erhöht die Festigkeit von Glas, indem man durch Feuerpolitur oder Abätzung grobe Risse an der Oberfläche ausgleicht (27). Dies bedeutet allerdings nicht, dass die chemische Zusammensetzung keinerlei Einfluss auf die Festigkeit hat, jedoch können makroskopische Oberflächeneffekte den Einfluss der Glasstruktur bei weitem übertreffen. So konnten Gehlhoff und Thomas keine Zusammenhänge zwischen chemischer Zusammensetzung und mechanischer Festigkeit des Glases herstellen (30). Erst später gelang es, die Oberflächeneinflüsse experimentell auszuschalten und somit den Struktureinfluss deutlich zu machen (27).

Poncelet entwickelte die Griffithsche Theorie einige Jahrzehnte später weiter. Er ging davon aus, dass zunächst keinerlei Taschen im Glas vorhanden waren, diese jedoch dann durch Krafteinwirkung im ganzen Glas entstehen konnten (die „Genesis der Taschen“), wobei die benötigte Spannung nur einen Teil der üblichen Bruchspannung betragen muss (31). Weiterentwicklungen der Festigkeitstheorien bauen auf dieser Genesis der Taschen auf (27). Vogel vertritt die Meinung, dass die Griffithschen Taschen und deren Entstehung nach Poncelet nichts anderes sind, als tröpfchenförmige Entmischungsbereiche im Glas (bzw. deren Vorstufen in Form von Ionenaggregationen), die an ihren Phasengrenzen in der Festigkeit geschwächt sind (27).

Eine klassische Methode zur Steigerung der Glasfestigkeit ist das sogenannte Härten, wobei ein Glas durch schnelles Abkühlen oberflächlich abgeschreckt wird. Somit kommt es zum schnellen Erstarren der Oberfläche, was zur Ausbildung einer Druckspannung führt, während das Glasinnere unter Zugspannung steht und die Druckspannung kompensiert. An der

Oberfläche befindliche Risse werden durch die Druckspannung zusammengedrückt, sodass sie an der Einleitung eines Bruchvorganges bei Belastung gehindert werden (27).

Die Beständigkeit eines Glases kann außerdem erhöht werden, indem man den Alkaligehalt der Oberfläche reduziert. Dies geschieht beispielsweise durch Erhitzen des Glases in einer SO_2 -Atmosphäre (32) oder indem man verschiedene Chemikalien anwendet, die bei hohen Temperaturen ($\sim 650\text{ }^\circ\text{C}$) mit dem Alkali reagieren, sodass beispielsweise Na_2SO_4 entsteht (33). Das Sulfat wird anschließend wieder abgespült und der Alkaligehalt somit erniedrigt, was ebenfalls zu einer Druckspannungsausbildung führt (27).

Thermische Vorgeschichte

Bei einer hohen Abkühlungsgeschwindigkeit der Schmelze entsteht ein Glas mit geringerer Dichte, die Dichte wird hingegen umso größer, je langsamer die Abkühlung war. Aus diesem Grund sind Dichtewerte verschiedener Gläser kaum in Bezug auf Ihre Zusammensetzung zu vergleichen bzw. sie erlauben hingegen Rückschlüsse auf die Abkühlungsgeschwindigkeit. Wird nicht kontinuierlich abgekühlt, sondern bei einer bestimmten Temperatur unter T_g getempert, findet eine Annäherung an den für die Temperatur üblichen Dichtewert statt. Schnell abgekühlte Gläser haben ein niedrigeres E-Modul als langsam unterhalb T_g getemperte Gläser (6). Auch die fiktive Temperatur T_f ist ein wichtiger Einflussfaktor, der Aufschluss über den Herstellungsprozess und die Eigenschaften des Glases geben kann. T_f steht in direktem Zusammenhang mit der Abkühlrate der Glasschmelze und ist definiert als der Punkt, an dem die flüssige Schmelze erstarrt (34). Gläser mit gleicher Zusammensetzung aber unterschiedlicher fiktiver Temperatur können sich in den mechanischen Eigenschaften deutlich unterscheiden (35).

Verhältnis Oberfläche zu Lösung

Korrosionsreaktionen sind insbesondere vom Verhältnis der reagierenden Glasoberfläche (Surface Area = SA) zum Volumen der Lösung (Volume = V) abhängig. Ist der Wert für SA/V sehr groß ($> 1,0\text{ cm}^{-1}$), werden die genannten Reaktionen schnell ablaufen, ist er eher klein ($< 0,01\text{ cm}^{-1}$), schreitet die Glaskorrosion deutlich langsamer fort. Hieraus ergeben sich Besonderheiten der korrosiven Vorgänge bei hoher Luftfeuchtigkeit sowie bei Niederschlag durch Regentropfen oder Kondensat auf der Glasoberfläche.

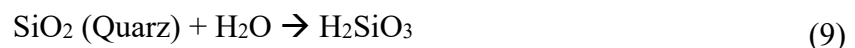
Paul führte ein Experiment durch, in dem das Volumen der Lösung mit 100 ml konstant gehalten wurde und die Menge an granuliertem $25\text{K}_2\text{O}, 75\text{SiO}_2$ -Glas von 1 g bis 3 g variierte

(9). Er stellte fest, dass die Menge an extrahiertem K_2O pro Gramm Glas nach 42,5 Minuten eher gering variierte (115,25 mg K_2O bei 1 g Glas, 126 mg bei 3 g Glas,), während es bei der Menge an extrahiertem SiO_2 pro Gramm Glas deutliche Unterschiede gab (40,60 mg SiO_2 bei 1 g Glas, 95,72 mg bei 3 g Glas). Die Lösungsmenge SiO_2 je Gramm Glas hatte sich bei der dreifachen Menge Glasgranulat mehr als verdoppelt. Er erklärte dies mit dem zunächst schnell ansteigenden pH-Wert bei größerer Oberfläche durch die höhere Menge an Alkali, die in die Lösung übergeht. Ein hoher pH-Wert > 9 lässt die Löslichkeit von Silicat dann deutlich ansteigen. Zusätzlich wird der Austausch von Alkali-Ionen mit Protonen der Lösung gedämpft. Während der pH-Wert beim Experiment mit 3 g Glasgranulat nach 10 Minuten zunächst auf 11,9 anstieg um nach 42,5 Minuten wieder auf 11,4 gesunken zu sein, lag der pH-Wert bei einer Einwaage von 1 g Glasgranulat nahezu kontinuierlich bei 11,4 (9).

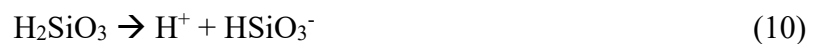
Beschaffenheit der Lösung

Wie bereits beschrieben ist die Glaskorrosion in hohem Maße vom pH-Wert des Lösungsmediums abhängig. Legt man ein Glas in deionisiertes Wasser, entsteht mit der Zeit eine Lösung aus Alkalioxiden und Silicat. Deren Mengenverhältnis kann variieren und hängt von der Glaszusammensetzung und den in diesem Abschnitt genannten weiteren Faktoren ab, jedoch ist immer ein pH-Wert-Anstieg zu erwarten. Die Reaktion $H_2SiO_3 \rightarrow HSiO_3^- + H^+$ gewinnt bei einem pH-Wert von 10 an Bedeutung, ebenso beginnt die Auflösung von Kieselglas bei $pH = 10$ (9).

Die Reaktion zwischen Wasser und Silicat kann auf folgende Weise beschrieben werden (9):



Hieraus könnte geschlussfolgert werden, dass die Löslichkeit von SiO_2 pH-Wert-unabhängig ist, dies ist jedoch nicht der Fall. In Anwesenheit von Alkali gehen zusätzliche Silicat-Ionen in die Lösung über:



Die drei verschiedenen Silicat-Spezies können in Ihrer Dominanz verschiedenen pH-Wert-Bereichen zugeordnet werden: bei $pH \leq 10$ wird die minimale Löslichkeit durch H_2SiO_3 repräsentiert, bei $pH = 10$ bis 12 liegt hauptsächlich $HSiO_3^-$ vor, während bei $pH \geq 12$ die

Spezies SiO_3^{2-} dominiert (9). Thermodynamisch gesehen ist darüber hinaus Quarz auf Grund seiner Kristallstruktur stabiler als Quarzglas.

Statisches oder nicht statisches Experiment

El-Shamy machte als erster im Zuge seiner Dissertation Experimente zur statischen und nichtstatischen Auslaugung an Gläsern (36). 2 g granuliertes $25\text{K}_2\text{O}, 75\text{SiO}_2$ -Glas wurden in Wasser bei einem pH-Wert von 6 und einer Temperatur von 40°C ausgelaugt. Während des 45-minütigen Experiments erneuerte er das Wasser 18-mal. Das Experiment wiederholte er mit jeweils nur 8-, 4- und 2-maligem Erneuern der Lösung. Er stellte fest, dass deutlich mehr Silicat gelöst wurde, umso seltener das Wasser erneuert wurde, was auf den deutlich höher ansteigenden pH-Wert eines statischen Experiments (kein Austausch der Lösung) zurückzuführen ist (Siehe auch *Glas-Wasser-Reaktion* in diesem Kapitel 1.4).

Temperatur der Lösung

Die Menge an gelöstem Alkali und allgemein die Auflösungsrate des Glases ist in hohem Maß von der Temperatur des Lösungsmediums abhängig. Diese Wechselwirkung versucht man mit der Arrhenius-Gleichung darzustellen:

$$A = B e^{E/RT} \quad (12)$$

In der A die spezifische Reaktionsrate, B eine Konstante, R die Gaskonstante, T die absolute Temperatur und E die Aktivierungsenergie darstellt. Diese Gleichung scheint jedoch zu sehr vereinfacht und ist mit Vorsicht zu verwenden, da die Löslichkeit von Alkali und auch Silicat von zu viel weiteren Faktoren wie beispielsweise dem pH-Wert abhängig ist (9).

Die Beständigkeit kann auch durch eine Funktion der thermodynamischen und der kinetischen Stabilität seiner Oxidkomponenten ausgedrückt werden (9):

$$\text{Beständigkeit} = f(\text{kinetische Stabilität}) \times f(\text{thermodynamische Stabilität}) \quad (13)$$

Wird ein Korrosionsversuch bei niedriger Temperatur durchgeführt, hat das System nur geringe thermische Energie um die nötige Aktivierungsenergie für die Reaktion aufzubringen, der kinetische Teil ist reaktionsbeherrschend. Bei höheren Temperaturen nimmt der Anteil des thermodynamischen Teils der Reaktion deutlich zu. Die Aktivierungsenergie bei

Kalknatron-Silicatgläsern liegt üblicherweise bei 80 kJ/mol, was der Aktivierungsenergie der Na-Laugung entspricht. Das bedeutet, dass im Bereich von 0 °C bis 100 °C bei einer Erhöhung der Temperatur um 20 K der Angriff durch die Korrosionslösung um den Faktor 10 ansteigt. Bei Temperaturen > 100 °C beträgt die Aktivierungsenergie nur noch 25 kJ/mol (6).

2 Motivation

2.1 Eisenarme Gläser in der Anwendung

Der Energiebedarf der Welt steigt und man setzt zunehmend auf regenerative, umweltschonende Energiequellen. Seine optische Transparenz, chemische Beständigkeit und günstige Herstellungsverfahren machen Glas zu einem bevorzugten Material bei der Gewinnung von Sonnenenergie. Neben der Energiegewinnung aus Wind- und Wasserkraft stellt die Sonnenenergie eine der wichtigsten Quellen zur Energieerzeugung dar. Im Jahr 2015 wurden weltweit über 250 Mrd. Kilowattstunden (kWh) aus Photovoltaik erzeugt. Dies ist ein Anstieg von 33 % gegenüber dem Vorjahr 2014 (190 Mrd. kWh) (37). Der amerikanische Marktanalyst NPD Solarbuzz sagt insgesamt eine Stromproduktion von 500 Gigawatt (GW) im Jahr 2018 durch Photovoltaik voraus (38). Zum Vergleich: Zehn Jahre zuvor, im Jahr 2008, lag die weltweite Stromproduktion lediglich bei 16 GW (39). Dabei stellen monokristalline (c-Si) Siliziumzellen einen Anteil von 91 % im Bereich der Solarzellentechnik (38).

Solare Anlagen nutzen die Sonneneinstrahlung und stehen demzufolge häufig ungeschützt auf freien Flächen, sind auf Dächern montiert oder befinden sich, wie beispielsweise das Mojave Solarprojekt (40), auf Gelände mit extremen Klimabedingungen. Dies führt zu einem nicht unerheblichen Angriff durch Korrosion bzw. Beschädigung der Glasoberfläche, die sich in zwei Gruppen unterteilen lässt: Die chemische Korrosion (Gelöste Schadstoffe im Niederschlag, besonders in dicht besiedeltem Gebiet, chemische Reaktionen mit kondensiertem Wasser, Vogelkot, Pollen, Blütenstaub, Harze und anderen organischen Stoffe) und die mechanische Korrosion (Abrieb durch mit dem Wind transportierte Partikel wie z.B. Sandkörner oder Einschläge durch Hagel, Steine, Schotter etc.). Beide Arten der Korrosion stehen in Wechselwirkung miteinander. Eine durch Abrieb angeraute Glasoberfläche bietet eine bessere Angriffsfläche für ein Fortschreiten der chemischen Korrosion, während eine bereits verwitterte Glasoberfläche ebenso deutlich anfälliger für mechanische Schäden wie z.B. Rissbildung sein kann.

Ein Solar-Modul erster Generation, auch als Dickschichtmodul bezeichnet, besteht aus einer Solarzelle aus monokristallinem (sc-Si) oder polykristallinem Silizium (pc-Si), die auf Ober- sowie Unterseite einen Kunststoffverbund (EVA – Ethylene Vinyl Acetate) eingeht, der wiederum auf der Oberseite mit einer Glasscheibe verklebt wird. Bei diesem Glas handelt es sich in den meisten Fällen um ein strukturiertes Walzglas. In der Regel ist dieses Glas

außerdem thermisch gehärtet (41). Abbildung 6 zeigt eine schematische Abbildung des genannten Aufbaus.

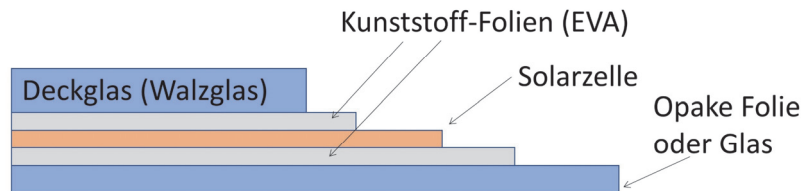


Abbildung 6: Vereinfachter Aufbau eines Dickschicht-Solarmoduls. Die Solarzelle befindet sich zwischen zwei Kunststofffolien, die Unterseite kann aus opaker Folie oder Glas bestehen, die Oberseite besteht meist aus einem Walzglas (42).

Bei einem Dünnschicht-Solar-Modul der zweiten Generation wird als Substrat oder Superstrat stets Floatglas verwendet. Auf das Glas wird das Halbleitermaterial der Solarzelle aufgebracht, dieses kann aus amorphem Silizium (a-Si) oder einer Kombination aus amorphem und mikrokristallinem Silizium (μ -Si) beziehungsweise Cadmium-Tellurid (CdTe) bestehen (43). Die Ausgangsmischung der Solarzelle besteht in der Regel aus Kupfer, Indium und Selen (CIS), sie kann aber zur Verbesserung der Leitungseigenschaften durch Gallium ergänzt bzw. teilweise ersetzt werden (CIGS). Die transparente Leiterschicht (TCO – Transparent Conducting Oxid) wird direkt auf die tragende Glasschicht aufgedampft. Sie besteht entweder aus Zinkoxid oder Indium-Zinn-Oxid. Man unterscheidet den Superstrat-Aufbau (a-Si- und μ -Si Zellen) sowie den Substrat-Aufbau (CIS- und CIGS-Zellen), je nachdem ob das Trägermaterial auf der lichtzu- oder abgewandten Seite liegt (44). Die Unterschiede im Aufbau von Dünnschicht-Solar-Modulen zeigt Abbildung 7.

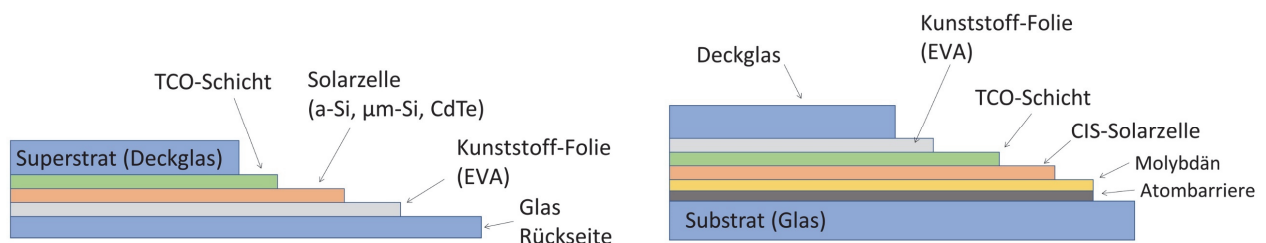


Abbildung 7: Vereinfachter Aufbau zweier Dünnschicht-Module. Links Superstrat-Aufbau: die Solarzelle wird von der Oxidschicht (TCO) sowie der EVA-Folie flankiert. Der untere und obere Abschluss wird jeweils von einem Glas gebildet. Rechts Substrat-Aufbau: Durch eine Atombarriere aus Si_3N_4 wird die Solarzelle mit Rückseitenkontakt (Molybdän) vom Substrat getrennt. Oberhalb der CIS-Solarzelle schließen sich Schichten aus TCO, EVA und das Deckglas an (43).

Der Wirkungsgrad des Solarmoduls hängt in nicht unerheblichem Maß vom verwendeten Glas auf der Oberseite ab. Dieses sollte sich also durch eine besonders hohe Lichtdurchlässigkeit sowie mechanische und chemische Stabilität auszeichnen. Das Glas muss einen sehr geringen Eisen-Gehalt haben, um die Absorption des Lichtes möglichst gering zu halten. Während normales Floatglas einen Fe-Gehalt von etwa 1000 ppm aufweist, liegt der Gehalt bei Solargläsern i. d. R. < 100 ppm (41). Diese sehr niedrigen Werte können nur mit komplexen und recht langwierigen Messmethoden überprüft werden, was für den Kunden am Markt ein Problem sein kann, da er die Angaben des Herstellers nicht ohne weiteres überprüfen kann. Im Zuge dieser Arbeit wurde auch eine Methode untersucht, wie mit Hilfe einer einfachen Farbmessung in Sekundenschnelle Rückschlüsse auf den Eisengehalt gezogen werden können.

Neben der klassischen Anwendung eisenarmer Flachgläser in PV-Anlagen gibt es auch andere Einsatzbereiche, in denen Gläser in Kombination mit der Nutzung von Sonnenenergie eine Rolle spielen. Etwa 97 % des Wassers auf der Erde ist Salzwasser, nur 3 % kann als Süßwasser zum Trinken, Kochen oder zur Bewässerung genutzt werden. Hiervon ist jedoch nur ein kleiner Teil tatsächlich sauber genug, um als Trinkwasser gefahrlos verwendet werden zu können. Besonders in Entwicklungsländern werden günstige aber effektive Methoden zur Trinkwassergewinnung benötigt. Die sogenannten *Solar Stills* verwenden hierfür das einfache Prinzip der Kondensation: Das verunreinigte oder salzhaltige Wasser wird unter einer Glasabdeckung durch die Sonne erhitzt, der aufsteigende Wasserdampf kondensiert, kann aufgefangen und als Trinkwasser verwendet werden (45).

Während bei Solarmodulen für Solarthermie oder Photovoltaik insbesondere die Kondensatbildung eine Rolle spielt, ist es bei den Solar Stills oder auch Architekturgläsern nahe der Küste zusätzlich das aggressive salzhaltige Meerwasser, welches den Glasscheiben zusetzt. Neben dem speziellen Aspekt der Salzkorrosion kommt es in Gegenden mit stärkerer Umweltverschmutzung (beispielsweise in Großstädten) zu Korrosion durch Schwefeloxide, die durch Verbrennung schwefelhaltiger fossiler Brennstoffe entstehen. Im Labormaßstab können besonders chemische Reaktionen gut simuliert und ihre Folgen für die mechanische Beständigkeit des Glases untersucht werden. Folge einer fortgeschrittenen Korrosion ist aber nicht nur eine – im schlimmsten Fall – Zerstörung des Glases. Bis zu diesem Zeitpunkt kommt es bereits zu einer deutlich nachlassenden Effizienz bei der solaren Energiegewinnung durch eine Abnahme der Transmissivität, die nicht zuletzt auch finanzielle Einbußen mit sich bringt.

2.1.1 Beschichtungen auf der Glasoberfläche

Walzgläser sind auf ihrer Oberfläche strukturiert und erreichen durch ihre Lichtreflexion eine höhere Ausbeute der auftreffenden Strahlung. Da ihre Oberfläche jedoch nicht glatt ist, ist der Ablauf von Regenwasser und auch das damit verbundene Abspülen von z.B. Staub, Sand oder organischem Material behindert. Feuchtigkeit kann sich in den kleinen Vertiefungen sammeln und zu erhöhter Korrosion führen. Verwendet man hingegen oberflächlich glattes Floatglas, werden fast immer Beschichtungen aufgebracht, um die Transmission zu erhöhen. Die sogenannten Antireflex-Beschichtungen (AR-Beschichtungen) vermindern den Reflexionsgrad des Lichtes. Für solare Anwendungen werden in den meisten Fällen poröse Siliciumdioxid-Schichten per Tauch- (*dip coating*) oder Sprühbeschichtung (*spray coating*) aufgebracht.

Eine solche Beschichtung ermöglicht es, die Transmissivität des Glases in bestimmten Wellenlängenbereichen um mehr als 4 % zu erhöhen (46) (47). Eine bereits beginnende Korrosion der Glasoberfläche kann die Qualität der Beschichtung deutlich mindern, denn bereits Schwankungen in deren Dicke von wenigen Nanometern können Veränderungen der Reflexionseigenschaften hervorrufen. Es ist wichtig, dass eine Antireflexbeschichtung möglichst gleichmäßig und fehlerfrei aufgebracht werden kann. Es ist daher essentiell, dass das verwendete Floatglas sowohl physikalisch als auch chemisch stabil gegen äußere Einflüsse ist, um Alteration bereits vor dem Aufbringen einer Beschichtung zu vermeiden. Unregelmäßigkeiten der Beschichtung sorgen außerdem für einen schnelleren Abrieb respektive Abplatzen der Schicht durch Umwelteinflüsse wie Hagel, Staub, Wind oder auch Säuren aus Verbrennungsabgasen oder Vogelkot. Da eine Reaktion mit der gewöhnlichen Umgebungsluft bereits unmittelbar nach der Produktion einsetzt, ist eine kurze Lagerzeit zwischen Herstellung des Glases und Beschichtungsvorgang vonnöten, die jedoch nur schwer überprüfbar ist. Mit bloßem Auge ist meist nicht zu erkennen, ob ein Glas zwei Tage oder ein Jahr „alt“ ist. Hierfür sind umfangreiche Messungen und Analysen nötig.

2.1.2 Korrosion durch verschiedene wässrige Lösungen

In der Praxis spielen drei Lösungen eine wichtige Rolle bei der atmosphärischen Korrosion von exponiertem Kalknatron-Silicatglas: deionisiertes Wasser bzw. an Ionen verarmte Lösungen, Meerwasser in küstennahen Bereichen sowie Sulfat-reiche Lösungen, die vor allem in Ballungsgebieten mit höheren Abgasemissionen eine Rolle spielen.

Deionisiertes Wasser

Deionisiertes Wasser enthält keine bzw. nur einen sehr geringen Teil gelöster Ionen. Der bestehende Ionengradient im Verhältnis zum Glas (speziell Na^+ und Ca^+) führt zu einer erhöhten Auslaugung dieser Alkalien aus der Glasoberfläche. Im Vergleich zu einer ionenreichen Lösung wie beispielsweise Meerwasser resultiert dies in einer deutlich erhöhten Laugungsrate nahezu aller Ionen (48).

In der Praxis ist dies z. B. bei den Solar Stills der Fall, in denen große Mengen Wasser auf der Glasoberfläche kondensieren und ablaufen, aber auch sonst kann bei jeder Form der Kondensatbildung durch Destillation von stark verringerten Ionengehalten in der Lösung ausgegangen werden. Werden Floatglasscheiben eng aneinander liegend gelagert, kann es auch hier zu Kondensatbildung im Zwischenraum kommen, was durch die herrschenden Kapillarkräfte verstärkt wird (26). In Folge der daraus resultierenden schnellen Auslaugung kann es zum regelrechten Verkleben der Scheiben miteinander kommen. Die Industrie setzt an dieser Stelle Kunststoffpulver ein, die als „Abstandhalter“ zwischen den Gläsern ein Verkleben durch Korrosion verhindern sollen.

Künstliches Meerwasser

Die korrosiven Eigenschaften von Meerwasser spielen überall dort eine große Rolle, wo Anlagen direkt an der Küste oder auf dem offenen Meer betrieben werden. Hier kommt es u. a. zur sogenannten Meerwasser-Nebelkorrosion (*sea spray corrosion*), die ein Problem für den Schiffsbau, Architektur, Photovoltaikanlagen und andere Glasanwendungen darstellt. Meerwasser hat einen leicht basischen pH-Wert und enthält viele gelöste Ionen, wodurch die chemischen Abläufe an der Front zwischen Glas und Lösung anderer Art sind, als es bei deionisiertem Wasser der Fall ist.

Natriumsulfatlösung (Na_2SO_4)

Bereits seit einiger Zeit gibt es Überlegungen, CO_2 in Basaltgesteine einzubinden und es so dem atmosphärischen Kreislauf zu entziehen (49) (50) (51). Untersuchungen an basaltischen Gläsern haben gezeigt, dass die Lösungsraten in Anwesenheit von SO_4^{2-} bis zu dreimal größer sind als in SO_4^{2-} -freien Lösungen (52). Neben dieser, auch in Hinblick auf den Klimawandel, sehr aktuellen Thematik, spielen die korrosiven Eigenschaften von Na_2SO_4 auch in urbanen Räumen in Form von „saurem Regen“ eine entscheidende Rolle. Durch zyklische Wechsel insbesondere der Luftfeuchtigkeit kann es zu verschiedenen Kristallisationsstadien von

Natriumsulfat in Form von Mirabilit und Thenardit kommen, was ein Quellen und Schrumpfen um das 4-fache zur Folge hat (53) (54). Dies wiederum kann eine deutliche Zerstörung der Glasoberfläche zur Folge haben.

2.2 Zielsetzung

Die vorliegende Arbeit soll einen Beitrag zum Verständnis der Langzeitkorrosion auf Oberflächen im Floatverfahren hergestellter Kalknatron-Silicatgläser leisten. Obwohl es eine stetig steigende Nachfrage nach Solarmodulen gibt und hohe Qualität am Markt eine entscheidende Rolle spielt, fehlen bisher solche Langzeitversuche bzw. spezielle Kondensationsversuche, die sich besonders mit der Oberfläche von Gläsern für solare Anwendungen beschäftigen.

Trotz kurzer *Energy Payback Times*, d. h. kurzer Amortisationszeiträume von PV-Anlagen, sollen und müssen Solarmodule 20 – 30 Jahre stabil funktionieren. Verluste durch Degeneration der EVA-Folien, thermische Migration von Halbleiterelementen und Transmissionsverluste des Glases durch Korrosion müssen über diesen Zeitraum möglichst geringgehalten werden. Standard-Tests für Photovoltaik-Anlagen bzw. Solarmodule beziehen sich stets auf den Gesamtverbund des Moduls, betrachten also auch Verluste im Bereich der Solarzelle, Ablösungserscheinungen der Verbundstoffe etc., sind jedoch nicht speziell auf die Veränderungen der oberflächlichen Materialeigenschaften des Glases bezogen (55) (56) (57) (58). Dabei bildet gerade das Glas die Hauptangriffsfläche für Korrosion, besonders in Zonen mit extremen klimatischen Verhältnissen oder in Meeresnähe. Alle genannten Degenerationerscheinungen sind standortabhängig: in südlichen Ländern spielt beispielsweise die Solarisation eine große Rolle, in küstennahen Gegenden ist hingegen die Salzwasserkorrosion ein wichtiger Korrosionsfaktor.

Prognosen der Alteration von Glasoberflächen basieren zurzeit auf standardisierten Tests. So sollen 1000 Stunden Damp-Heat-Test (Auslagerung bei 85 °C und 85 % rF) in etwa 20 Jahren Witterung in Miami (USA) gleichen (59). Stets gleichmäßige Luftfeuchte und Temperatur stellen jedoch nicht die tatsächlich vorhandenen klimatischen Bedingungen dar. In der Realität gibt es Schwankungen durch Tages- und Nachtzyklen sowie Jahreszeiten, durch die es unter Anderem zu Kondensation und Abtrocknung auf der Glasoberfläche kommt. Ein wichtiger Ansatzpunkt der Forschung muss also sein, diese Zyklen im Labormaßstab nachzustellen, um eine möglichst realistische Korrosionsszenario zu erreichen.

Es gilt hierbei folgende Fragen zu klären:

- Wie ist die Ausgangssituation der zu beprobenden Gläser? Wie hängt die Korrosion im Anlieferungszustand von der chemischen Zusammensetzung des Glases ab?
- Wie kann die Korrosion charakterisiert werden? Was sind geeignete Methoden um Frühstadien der Korrosion auf der Floatglasoberfläche nachzuweisen?
- Welche Relevanz hat die Korrosion in Bezug auf die solare Anwendung der Gläser? Welche Form der Alterierung der Glasoberfläche beeinflusst die Transmission und auf welche Art und Weise?
- Was sind geeignete Auslagerungsbedingungen? Wie kann eine praxisnahe Bewitterung von Glasoberflächen mit und ohne Wasserkondensation/-verdampfung aussehen?

Um diese Fragen zu klären, wurden 17 handelsübliche Floatgläser, vorgesehen für den Einsatz in solaren Wandlungssystemen, zunächst auf ihren Chemismus untersucht und ihre mechanischen Kennwerte bestimmt. Einige ausgewählte Gläser wurden dann im Klimaschrank experimentellen Szenarien ausgesetzt, die natürliche Bedingungen der Exposition in atmosphärischer Umgebung widerspiegeln sollen (Kondensation, Abtrocknung, ablaufender Niederschlag und Luftfeuchte bei verschiedenen Temperaturen). Nach erfolgter Exposition wurden die Glasoberflächen mit diversen optischen, mechanischen sowie analytischen Methoden untersucht.

3 Experimentelle Methoden

3.1 Mechanische Methoden

3.1.1 Indentation

Eine Kraft auf einen Werkstoff aufzubringen, um dessen Widerstandsfähigkeit bzw. dessen Härte zu messen, ist eine seit langem verbreitete Methode der Materialprüfung. Im Jahr 1922 entwickelten Smith und Sandland das nach der britischen Flugzeugfirma Vickers benannte Prüfverfahren (60), bei dem eine pyramidenförmige Diamantspitze in den Werkstoff eindringt und anhand des Durchmessers bzw. der Eindringtiefe die Materialparameter berechnet werden können. Die Vickers Pyramidenspitze des sogenannten Indenters hat eine vorgegebene Geometrie, die neben anderen Messbedingungen in DIN EN ISO 6507-1:2005 festgelegt ist. Diamant ist ein sehr hartes Material (Mohshärte 10) und kann somit in fast jeden üblichen Werkstoff eindringen, weshalb es für diese Methode gut geeignet ist.

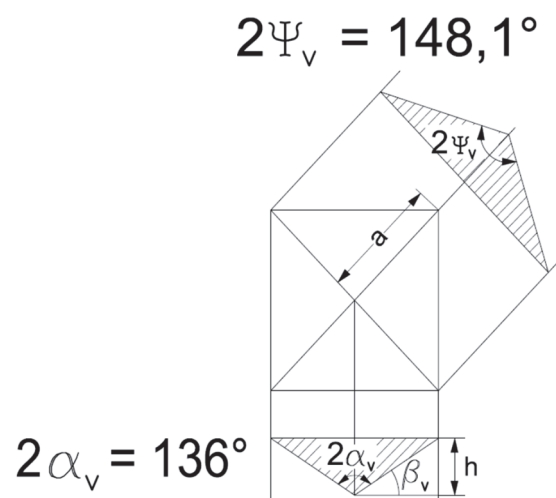


Abbildung 8: Diamantspitzengeometrie des Vickers Indenter. Durch Aufbringung einer Kraft auf einen Werkstoff werden mit ihm pyramidenförmige Eindrücke erzeugt, die Aufschluss über mechanische Eigenschaften des Materials geben.

Durch die Indentation kommt es im Glas sowohl zur elastischen als auch zur plastischen Deformation. Dies führt zur Verdichtung des Glases in direkter Nähe des Indentereindrucks und zu Scherbewegungen des Materials. Schließlich kann das Material brechen und es kommt zur Rissbildung. Hier hat sich gezeigt, dass bei Kalknatron-Silicatglas erst während der

Entlastung Risse ausgebildet werden; bei der zuvor erfolgten Belastung kommt es lediglich zur Vergrößerung des Eindrucks selbst. Anders ist dies beispielsweise bei Kieselglas oder Borosilicatglas, bei denen es bereits bei der Belastung zur Rissbildung kommt (61). Das Beispiel einer solchen Be- und Entlastungskurve mit Zeitpunkt der Rissbildung bei einem Kalknatron-Silicatglas zeigt Abbildung 9.

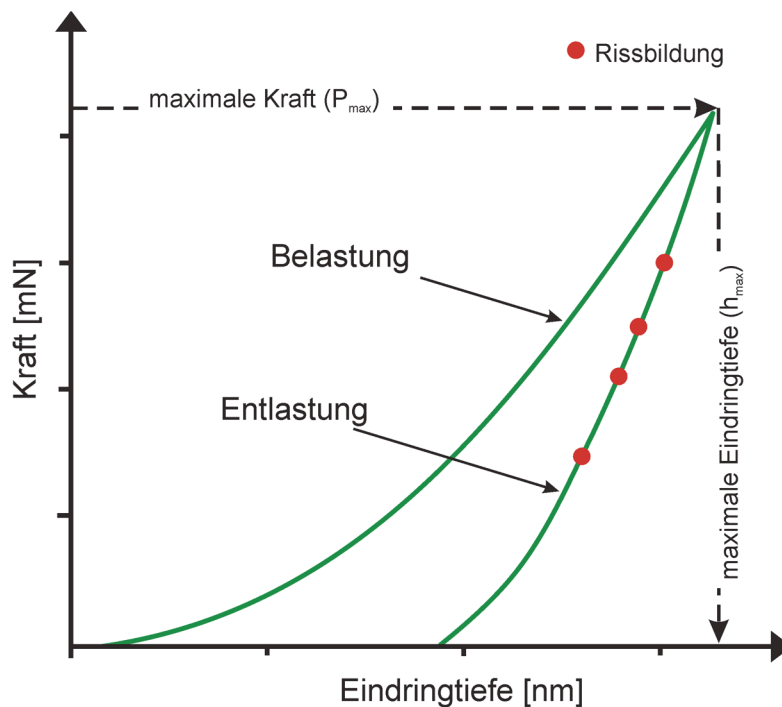


Abbildung 9: Typische Be- und Entlastungskurve mit Rissbildung während der Entlastung nach (61), wie sie bei einem Indenter-Eindruck zu erwarten ist.

3.1.1.1 Typische Rissmorphologien

Bei der Verwendung von spitzen Indentern respektive Vickers-Indenterspitzen kommt es zu typischen Rissmorphologien, unter denen die Radialrisse die häufigsten sind. Diese werden in der Regel auch für weitere Berechnungen herangezogen (vergl. (62) (63) (64)).

Es zeigte sich jedoch, dass die alleinige Auswertung der Radialrisse nicht immer zielführend ist. Während eine maximal zu erreichende Anzahl an Radialrissen von $N_{\max} = 4$ pro Eindruck angenommen wird, liegt diese bei den nicht-radialen Rissen bei insgesamt $N_{\max} = 12$. Besonders bei höheren Kräften kann die Anzahl der nicht-radialen Risse ebendiese der radialen Risse sogar übersteigen. Bei der Auswertung der Radialrisse sehen wir uns der Schwierigkeit gegenüber, dass eine Unterscheidung zwischen „echten“ Radialrissen (Typ Palmqvist) und den sogenannten Half-Penny-Rissen mit einem Auflichtmikroskop kaum

möglich ist (vergl. Abbildung 10). Diese beiden Varianten werden im Folgenden also unter dem Begriff der **Radialrisse** zusammengefasst. Abbildung 10 zeigt den Unterschied der beiden Rissarten. Eine Rissbildung senkrecht zur Probenoberfläche kann mit herkömmlichen Methoden (z.B. Mikroskopie) nicht sichtbar gemacht werden, die Rissbildung an den Spitzwinkeln ist jedoch bei beiden Rissausprägungen analog. Neben den Radialrissen kommt es zur Ausbildung weiterer Risse, der sekundären Radialrisse, ausgehend von den Spitzwinkeln des Eindrucks, sowie der Axialrisse, ausgehend von den Flanken des Eindrucks. Diese werden im Folgenden unter dem Begriff **nichtradiale Risse** zusammengefasst. Abbildung 11 verdeutlicht beide Rissbilder. Die sekundären Radialrisse entspringen zwar an den Spitzwinkeln oder zumindest deren unmittelbarer Umgebung, verlaufen jedoch nicht achsenparallel.

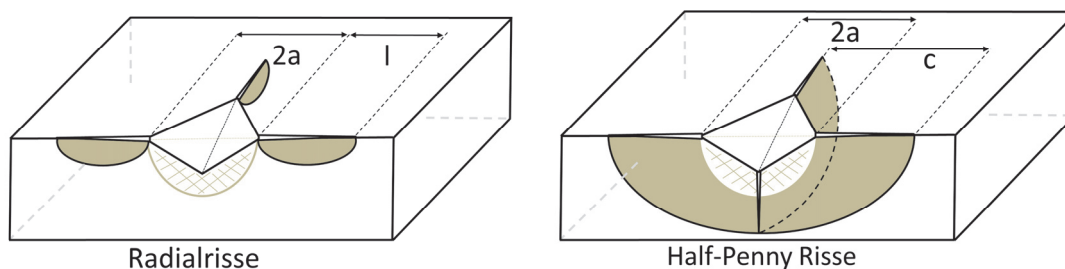


Abbildung 10: Radialrisse und Half-Penny Risse (nach (61)) weisen beide Risse ausgehend von den Spitzwinkeln des Eindrucks auf. Ihre Unterscheidung ist jedoch schwierig, da ein senkrecht verlaufender Riss von der Eindruckspitze ausgehend nicht im Auflichtmikroskop sichtbar gemacht werden kann.

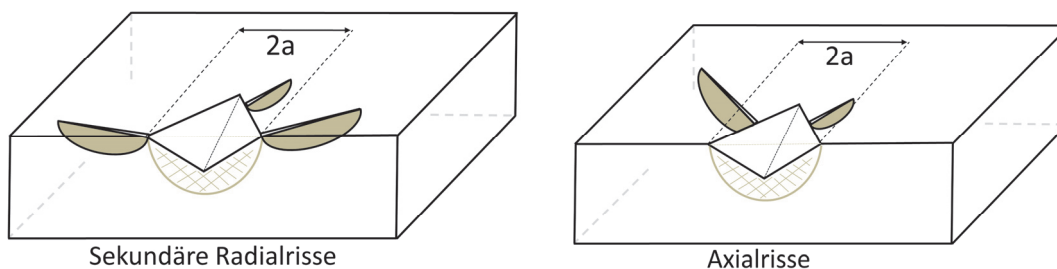


Abbildung 11: Sekundäre Radialrisse und Axialrisse (nach (61)). Sekundärrisse entstehen in der Nähe der Spitzwinkel, während Axialrisse an den Flanken des Eindrucks entstehen.

Bei den nichtradialen Rissen treten einige Besonderheiten in der Auswertung auf. So ist es beispielsweise schwer möglich, die Länge der sekundären Radialrisse durch einfaches 2-Punkt-Messen exakt zu bestimmen, da sie oft nicht gerade wie Radialrisse, sondern leicht

geschwungen verlaufen. Abbildung 12 zeigt, dass nach einem Eindruck deutlich mehr nichtradiale Risse bzw. sekundäre Radialrisse auftreten können, als Radialrisse.

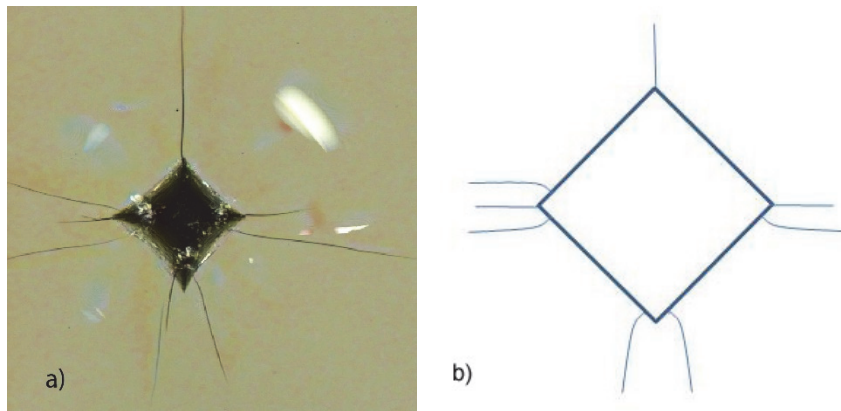


Abbildung 12: Typische Rissbildung nach Indentereindruck (a) Lasermikroskop-Bild, b) schematische Zeichnung). Es entstehen neben 3 Radialrissen auch 5 nichtradiale Risse. Darüber hinaus ist an den hellen Reflexionen der kreisförmige Verdichtungs Bereich um den Eindruck herum zu erkennen, der durch die Kraftaufbringung entstanden ist.

3.1.1.2 Vickers Nanoindentation 300 – 1500 mN

Der in dieser Arbeit verwendete Nanoindenter UNAT-M der Firma Asmec kann Kräfte von 5 – 1500 mN mit Hilfe einer Piezoelektronik auf die Probe aufbringen. Durch die geringen Kräfte und kleinen Abstufungen ist es möglich, sehr genau zu bestimmen, ab welcher Kraft es zur Rissbildung kommt.

In der vorliegenden Arbeit wurden Kräfte von 300 mN bis 1500 mN mit einer Erhöhung der Kraft um jeweils $\Delta F = 100$ mN aufgebracht. Die minimale Eindringtiefe lag bei ~ 1200 nm. Je Kraft wurden 5 Eindrücke erzeugt um aus diesen Daten Mittelwerte zu bilden; dies geschah bei einer Raumtemperatur von $21\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ und einer relativen Luftfeuchtigkeit von $35\text{ \%} \pm 5\text{ \%}$.

3.1.1.3 Vickers Mikroindentation 500 – 2000 gf

Für die Mikroindentation im Bereich bis 2000 gf (gramforce) wurde das Modell HMV2000 der Firma Shimadzu verwendet. Die Kraftaufbringung erfolge mit drei verschiedenen Kräften: 4,9 N, 9,8 N und 19,6 N (500 gf, 1000 gf und 2000 gf). Dadurch wurden deutlich höhere Eindringtiefen erzeugt als bei der Nanoindentation, was besonders bei den Proben der höheren Temperaturen des Langzeitexperimentes nötig war. Nur so war es bei der teils stark ausgelaugten und veränderten Oberfläche möglich, Eindrücke oder gar Rissbildung

auszuwerten. Je Kraft wurden 3 Eindrücke erzeugt, um aus den gewonnenen Daten Mittelwerte zu bilden; diese Experimente wurden bei einer Raumtemperatur von $21\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 0 % unter Schutzgas-Atmosphäre (N_2) durchgeführt.

3.1.1.4 Härte H

Die **Härte H** ist als Widerstand eines Stoffes gegen das Eindringen eines anderen Körpers definiert (65). Bei der Härte des Glases spielt auch die thermische und korrosive Vorgeschichte eine Rolle, die besonderen Einfluss auf die Glasoberfläche hat. Deren Eigenschaften können sich im Bereich der Nano- und Mikrohärteprüfung deutlich von den Werten des Gesamtglases, also Messungen mit größerer Eindringtiefe, unterscheiden. Es gibt diverse Methoden, die Härte eines Materials zu prüfen, wobei immer Form und Härte des verwendeten Eindringkörpers einen maßgeblichen Einfluss auf den Härtewert haben. Technische Bedeutung haben vor allem die statischen Prüfverfahren, bei denen die Prüfkraft stoßfrei aufgebracht wird um beispielsweise die Verschleißfestigkeit zu bestimmen. Die Härte berechnet sich aus der aufgebrachten Last P in Newton [N] und dem halben Eindruckdurchmesser a :

$$H = \frac{P}{(2a^2)} \quad (14)$$

Zu den statischen Methoden zählt auch die Messung mit dem Nanoindenter UNAT-M. Die Härte berechnet sich hierbei neben der Kraft F aus Eindringtiefe h_c und der projizierten Kontaktfläche des Eindrucks A_c :

$$H = \frac{F}{A_c(h_c)} \quad (15)$$

Bei der Härteprüfung mit einem Vickers-Diamanten ist es gebräuchlich, die Härte in **Vickershärte H_V** anzugeben. Der gemessene Wert wird dann in der Einheit kp/mm^2 angegeben, was einer traditionellen Schreibweise Rechnung trägt. Nicht zu verwechseln ist diese Angabe mit der Bezeichnung H_V , die ebenfalls verwendet wird. Hierbei nimmt der Index V (=Vickers) lediglich Bezug auf die Geometrie des Eindringkörpers und erklärt somit den Geometriefaktor 2,157, der zur Anwendung kommt:

$$H_V = \frac{P}{2,157 \cdot 10^{-3} \cdot a^2} \quad (16)$$

Hierbei wird die Härte H_V wie sonst auch üblich in GPa angegeben, P bezeichnet die aufgebrachte Kraft in [N] und a die Halbdigonale des Eindrucks in μm . In dieser Arbeit wird

diese Angabe in GPa verwendet und nicht die Vickershärte H_V , um dem Leser eine schnellere Vergleichbarkeit zu ermöglichen.

3.1.1.4.1 Indentation Size Effect (ISE)

In Abhängigkeit der verwendeten Prüfkraft kommt es zum sogenannten **Indentation Size Effect**, weshalb in Nano-, Mikro- und Makrohärteprüfung unterschieden wird. Der ISE beschreibt das Phänomen, dass bei geringen Eindringtiefen (im einstelligen μm -Bereich) die gemessene Härte des Prüfkörpers ansteigt. Einige Studien führen diesen Effekt auf das Verhältnis zwischen der Energie auf der neugeschaffenen Oberfläche und der Energieableitung während der plastischen Verformung zurück (66). Der ISE tritt besonders bei sehr geringen Kräften der Nanoindentation auf, weshalb eine Bestimmung der Härte H_V durch Mittelwertbildung in dieser Arbeit erst im Bereich von $P = 800 \text{ mN}$ bis $P = 1500 \text{ mN}$ erfolgt.

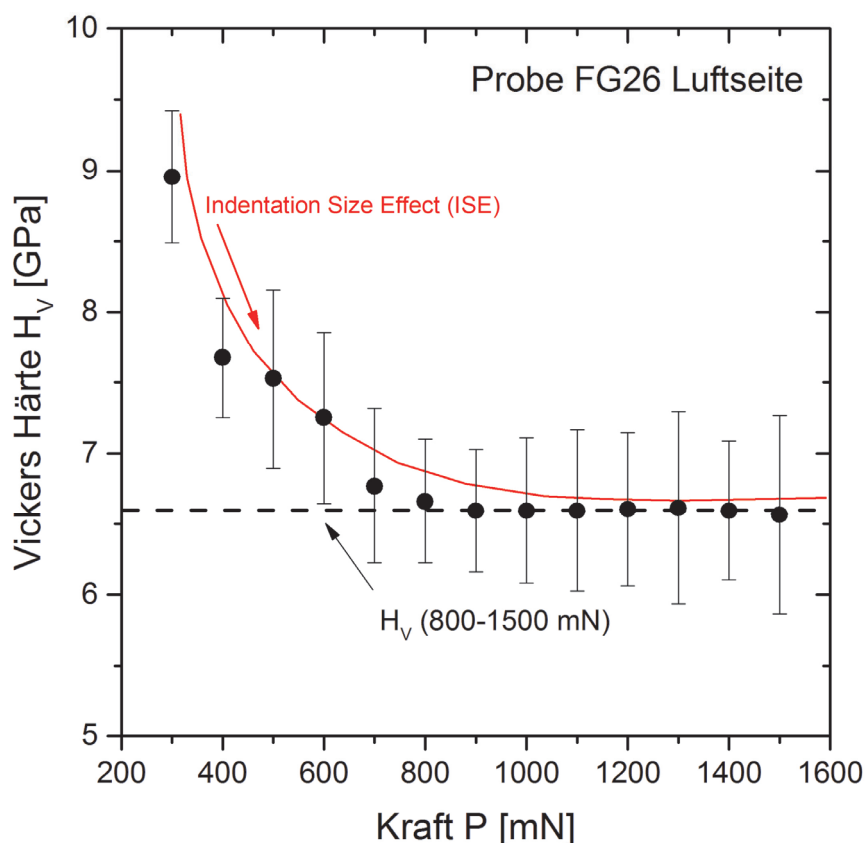


Abbildung 13: Indentation Size Effect am Beispiel der Probe FG26. Die Härte H_V wird aus den Messwerten der Kräfte $P = 800 - 1500 \text{ mN}$ bestimmt, um einen Einfluss des ISE auszuschließen.

3.1.1.5 Rissbildung

Im Zuge der Auswertung gewonnener Daten aus der Nanoindentation ist bei einigen Berechnungen die Risslänge von Bedeutung, aber auch die Rissanzahl wird für eine Ermittlung der **Rissinitiierungswahrscheinlichkeit (Probability of Crack Initiation) PCI** und des daraus resultierenden **Risswiderstands (Crack Resistance) CR** benötigt. Für die Risslängenbestimmung werden i. d. R. nur die Radialrisse herangezogen (vergl. Absatz 3.1.1 Abschnitt „typische Rissmorphologien“).

Um die **Risslänge l** zu bestimmen, wird beginnend an der Eindrucksmitte bis zur Risssspitze der Parameter c gemessen, da die Eindrucksmitte im Gegensatz zu den Ecken des Eindrucks meistens gut mit optischen Methoden zu bestimmen ist. Die Ecken sind oft leicht abgerundet oder durch spröden Bruch nicht klar definierbar, außerdem verringert sich der mögliche Messfehler, umso länger die gemessene Strecke ist. Nach Messung des halben Eindrucksdurchmessers a ergibt sich die Risslänge l aus $l = c - a$ (61).

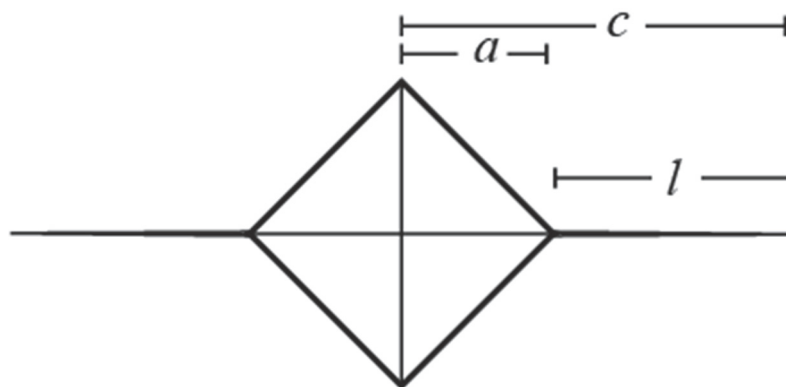


Abbildung 14: Um die Risslänge l zu bestimmen, werden der halbe Eindrucksdurchmesser a sowie der Abstand zwischen Eindrucksmitte und Risssspitze c gemessen, da diese beiden Werte mit optischen Methoden exakter bestimmbar sind. Es folgt die Berechnung $l = c - a$.

3.1.1.5.1 Bruchzähigkeit K_{IFT}

Um die **Rissfortpflanzung (crack propagation)** in einem Glas zu bestimmen, wird in der Regel die Bruchzähigkeit K_{IFT} zu Grunde gelegt. Die **Bruchzähigkeit (indentation fracture toughness) K_{IFT}** beschreibt die Widerstandsfähigkeit eines Materials beim Aufbringen einer Kraft bis zum Bruch. Nach Niihara et al. (67) sind hierbei zwei verschiedene Formeln zur Berechnung anzuwenden, die von der Art des initiierten Risses (und somit auch von der aufgebrachten Kraft) abhängig sind. Für die sogenannten **Palmqvist-Risse** (vergl. Radialrisse in Abbildung 10), ($0,25 \leq l/a \leq 2,5$) gilt:

$$K_{IFT} = 0,035 \left(\frac{l}{a} \right)^{-1/2} \left(\frac{HV \sqrt{a}}{\varphi} \right) \left(\frac{HV}{E\varphi} \right)^{-2/5} \quad (17)$$

Die Bruchzähigkeit K_{IFT} ($\text{MPa m}^{1/2}$) berechnet sich hier aus der Risslänge l in $[\mu\text{m}]$ und einem Geometriefaktor φ , der ≈ 3 beträgt. Hingegen wird die Bruchzähigkeit der sogenannten **Halfpenny-Risse** ($c/a \geq 2,5$) wie folgt bestimmt:

$$K_{IFT} = 0,129 \left(\frac{c}{a} \right)^{-3/2} \left(\frac{HV \sqrt{a}}{\varphi} \right) \left(\frac{HV}{E\varphi} \right)^{-2/5} \quad (18)$$

Hier verwendet man die Risslänge c beginnend in der Eindrucksmitte. Es hat sich im Verlauf der Arbeit gezeigt, dass die Formel der Halfpenny-Risse am zweckmäßigsten zur Bestimmung der Bruchzähigkeit angewendet werden kann, wenn die Unterscheidung der verschiedenen Radialrisse nicht eindeutig ist (vergl. Absatz 3.1.1), somit wird sie auch in dieser Arbeit zur Bestimmung von K_{IFT} verwendet.

3.1.1.5.2 Rissbildungswahrscheinlichkeit *PCI* und Risswiderstand *CR*

Man könnte annehmen, dass jedes Glas mit höherer Bruchzähigkeit automatisch erhöhte Festigkeit gegenüber Kraftaufbringung aufweist. Tatsächlich aber zeigen Gläser mit verschiedener Zusammensetzung und fast gleicher K_{IFT} sehr unterschiedliche Bruchverhalten (63). Während beispielsweise das eine Glas bereits Risse zeigt, ist dies bei einem anderen Glas mit gleicher Bruchzähigkeit hingegen noch nicht zu beobachten. Vermutet wird, dass der Unterschied in der Rissinitiierungswahrscheinlichkeit zu suchen ist. Um diese zu bestimmen, wird der **Risswiderstand (crack resistance) *CR*** ermittelt. Dieser wird als Kraft definiert, die nötig ist, um 50% der möglichen Radialrisse durch den Eindruck eines Vickers Indenters zu initiieren (68).

Zunächst wird die **Wahrscheinlichkeit der Rissinitiierung (probability of crack initiation) *PCI*** berechnet. Hierzu wird die Gesamtzahl der Ecken aller Eindrücke durch die Anzahl der Ecken mit Rissen dividiert, sodass man einen prozentualen Wert erhält. Es werden hierbei nur die Radialrisse ausgezählt und zur Berechnung verwendet, der Risswiderstand wird schließlich als die Kraft bestimmt, bei der die Rissinitiierungswahrscheinlichkeit bei 50% liegt (vergl. Abbildung 15).

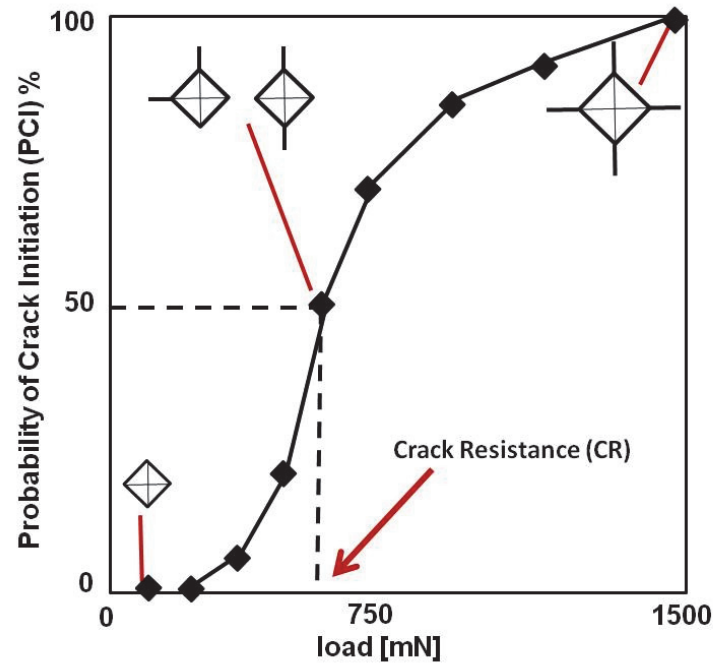


Abbildung 15: Rissbildungswahrscheinlich (probability of crack initiation) *PCI*. Aus einer *PCI* von 50% ergibt sich der Risswiderstand (crack resistance) *CR* (nach (68))

In dieser Arbeit werden die *PCI* und die daraus resultierende *CR* außerdem aus der Gesamtheit aller sichtbaren und in ihrer Länge messbaren Risse berechnet, da dies zweckmäßiger erscheint (Medianrisse und laterale Risse in der Tiefe des Glases können nur errahnt und somit nicht zur Auswertung erfasst werden). Vergl. hierzu Abschnitt 4.1.3 „Bruchzähigkeit und Risswiderstand“. Während bei den Radialrissen eine maximal mögliche Anzahl von 4 Rissen angenommen wird, liegt diese bei sekundärradialen Rissen bei 16 möglichen Rissen. Eine Erklärung hierzu findet sich in Abschnitt 3.1.1.1.

3.1.1.5.3 Sprödhheit *B*

Die **Sprödhheit (brittleness) *B*** resultiert aus einer hohen Härte und einer niedrigen Bruchzähigkeit (69). Hieraus folgt die Formel:

$$B = \frac{H_V}{K_{IFT}} \quad (19)$$

Wie bereits beschrieben ist H_V die Vickershärte und K_{IFT} die Bruchzähigkeit des Glases. Eine einfache weitere Methode zur Bestimmung der Sprödhheit besteht außerdem darin, die Risslänge c zum Eindruckdurchmesser a ins Verhältnis zu setzen. Man erhält somit nach Sehgal et al. (1995) einen vergleichbaren Wert c/a (64).

3.1.2 Bestimmung elastischer Kennwerte durch Ultraschallmessung

Die elastischen Kennwerte können aus Ultraschallmessungen an den Gläsern bestimmt werden. Hierzu wird das Gerät USD 15 S der Firma Krautkramer Branson (Hürth, Germany) verwendet. Es werden hierbei longitudinale (10 MHz) und transversale (4 MHz) Ultraschallwellen aufgebracht, deren Laufzeiten durch das Material anschließend bestimmt werden können. Dafür legt man die Glasproben auf einen Messkopf, der gleichzeitig als Schallgeber und Empfänger fungiert. Die Zeit der Signalverzögerung Δt wird nun gemessen. Zusammen mit der Wegstrecke h durch das Glas können die Geschwindigkeiten v_l (longitudinal) und v_t (transversal) wie folgt bestimmt werden:

$$v_l = \frac{2h}{\Delta t_1} \quad \text{und} \quad v_t = \frac{2h}{\Delta t_2} \quad (20)$$

Hieraus lässt sich unter Beachtung der Dichte ρ der **Longitudinalwellen-Modul** L [GPa] bestimmen:

$$L = \rho v_l^2 \quad (21)$$

Ebenso erfolgt die Berechnung des **Schubmoduls** G [GPa], der den Proportionalitätsfaktor zwischen Schubspannung und Schiebung darstellt (65):

$$G = \rho v_t^2 \quad (22)$$

Des Weiteren lässt sich der **Kompressionsmodul** K [GPa] berechnen. Dieser stellt die allseitige Druckänderung die nötig ist, um eine Volumenänderung des Materials hervorzurufen, dar:

$$K = L - \frac{4}{3}G \quad (23)$$

Eine weitere wichtige Eigenschaft des Materials ist der **Elastizitätsmodul** E [GPa], welcher den Proportionalitätsfaktor zwischen Normalspannung und Dehnung darstellt:

$$E = \frac{9KG}{3K + G} \quad (24)$$

Die **Poissonzahl** oder auch **Querdehnungszahl** μ beschreibt die Querschnittsabnahme in Folge der Längenzunahme bei der Verformung eines Werkstoffes. Sie berechnet sich nach:

$$\mu = \frac{E}{2G} - 1 \quad (25)$$

Sie steht in folgender Beziehung zu anderen mechanischen Kennwerten (65):

$$E = 2 \cdot (1 + \mu) \cdot G \approx 2,6 \cdot G \quad (26)$$

3.1.3 Dichte, molares Volumen, Packungsdichte und NBO/T

Die chemische Zusammensetzung der Proben wurde mittels La-ICPMS (siehe Absatz 3.3.2) gemessen. Aus diesen Werten lassen sich weitere Berechnungen zum Aufbau der spezifischen Glasstruktur vornehmen.

Die **Dichte** der Probe berechnet sich nach dem archimedischen Prinzip, wonach „der statische Auftrieb eines Körpers in einem Medium genauso groß wie die Gewichtskraft des vom Körper verdrängten Mediums“ ist. Für diese Messung wurde ein spezieller Waagen-Aufsatz verwendet, der eine Probenmessung innerhalb und außerhalb einer mit Wasser gefüllten Schale ermöglicht. Man verwendet folgende Formel zur Berechnung:

$$F_{\text{Auftrieb}} = \Delta m \cdot \rho \cdot g \quad (27)$$

Hierbei stellt F den Auftrieb der gemessenen Probe in Newton [N] dar, $\Delta m = m_{(\text{Luft})} - m_{(\text{Fluid})}$, wobei m die Masse der Probe in Gramm [g] widerspiegelt, ρ ist die Dichte des Fluids [g/cm^3] und g entspricht der Erdanziehungskraft von $9,81 \times 10^{-3} \text{ N/g}$. Als Fluid wird Wasser verwendet, das eine Dichte von $1 \text{ g}/\text{cm}^3$ aufweist. Nun erfolgt die Dichteberechnung nach:

$$\rho = \frac{F_{\text{Luft}}}{F_{\text{Luft}} - F_{\text{Auftrieb}}} \cdot \rho_{\text{Fluid}} \quad (28)$$

Wobei $F_{\text{Luft}} = m_{(\text{Luft})} [\text{g}] \times 9,81 \text{ N/g}$ entspricht, da kein Auftrieb vorliegt.

Die **Packungsdichte** V_t ergibt sich aus:

$$V_t = \rho \frac{\sum V_i p_i}{\sum M_i p_i} \quad (29)$$

Dabei ist ρ = Dichte des Glases, p_i = Anteile Oxide in Mol%, M_i = Molgewicht und V_i = aus den Ionenradien berechneter Faktor (6). Je nach Zusammensetzung der Probe variiert die

Packungsdichte und kann somit Auskunft über mögliche Unterschiede der mechanischen Eigenschaften der Proben geben.

Bei Na₂O-SiO₂-Gläsern finden zunächst alle zusätzlichen Netzwerkwardler in den Hohlräumen des Netzwerkes Platz, somit wird das **molare Volumen** V_m zunächst kaum, dann aber durch den Einbau der Na⁺-Ionen schließlich deutlich aufgeweitet. Noch stärker ausgeprägt ist die Aufweitung bei den größeren K⁺-Ionen. Bei den Erdalkali-Gläsern ist vor allem das Verhalten von Ca²⁺ interessant, dessen Ionenradius dem von Na⁺ gleicht, das jedoch auf Grund der Wertigkeit 2 eine deutlich höhere Feldstärke besitzt. Dadurch tritt eine kontrahierende Wirkung ein, was sich in einer erhöhten Dichte bemerkbar macht. Erst bei hohen CaO-Gehalten macht sich die Aufweitung des Netzwerkes bemerkbar. Ähnlich verhält sich MgO, jedoch haben MgO-haltige Gläser wegen des geringeren Molgewichtes eine geringere Dichte als CaO-haltige Gläser. Bei den Nebengruppenelementen, die eine größere Polarisierbarkeit besitzen, ebenso wie bei anderen Ionen mit großem Ionenradius beobachtet man grundsätzlich eine deutliche Strukturaufweitung (6).

Das **molare Volumen** oder auch **Molvolumen** V_m berechnet sich nach Scholze auf folgende Weise (6):

$$V_m = \frac{\bar{M}}{\rho} \cdot \frac{1}{\sum x_i n_i} \quad (30)$$

Wobei $\bar{M} = \sum x_i M_i$ das mittlere Molgewicht des Glases, M_i das Molgewicht der Komponente i , x_i den Molenbruch der Komponente i und n_i die Zahl der Sauerstoffe im Oxid R_mO_n darstellt.

Beim Ersatz des Netzbildners durch Al₂O₃ in Silicatgläsern tritt praktisch keine Änderung des molaren Volumens auf, da das Molgewicht des Al₂O₃ jedoch größer ist als das von SiO₂ nimmt die Dichte zu. Nach Hunold und Brückner nimmt mit steigendem Al₂O₃ : Na₂O-Verhältnis die Dichte zunächst ab, um ab Al₂O₃ : Na₂O ≈ 1,2 wieder anzusteigen, da sich erst dann verstärkt [AlO₆]-Gruppen bilden (70).

Einen weiteren Anhaltspunkt zu strukturellen Unterschieden liefert das Verhältnis der Nichtbrücken-Sauerstoffe zu den netzbildenden Tetraedern in der Probe, der sogenannte **NBO/T** Wert. Nach Mysen zählen neben Si⁴⁺ auch die Al³⁺ Kationen zu den Netzbildnern und bilden zusammen mit Sauerstoff Tetraeder in Form von [SiO₄] oder [AlO₄] (71) (72). Die Sauerstoffstellen können nun entweder die Verbindung zu einem benachbarten Tetraeder darstellen und somit ein Netzwerk bilden, dann spricht man von **Brückensauerstoffen** (*bridging oxygen* – BO). Oder es kommt durch einen ionischen Wandler wie

Natrium zur Netzwerkaufspaltung, in diesem Fall spricht man von **Trennstellensauerstoffen** (*non bridging oxygen* – NBO).

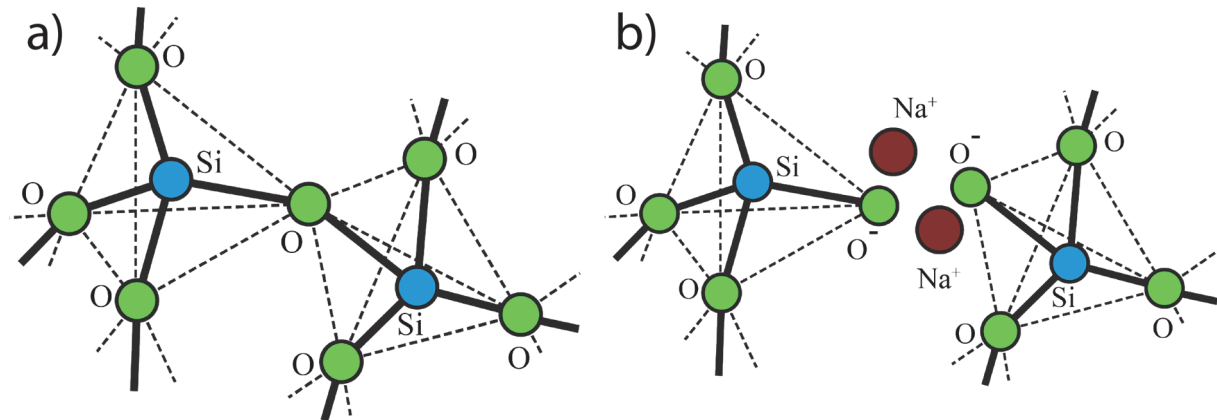


Abbildung 16: a) ein Glasnetzwerk aus [SiO₂]-Tetraedern, die über Brückensauerstoffe (BO) verbunden sind, b) der Netzwerkwandler Na⁺ sorgt für Trennstellensauerstoffe (NBO) am [SiO₂]-Tetraeder, was die Struktur besonders in Hinblick auf Korrosion schwächt (nach (73)).

Eine Berechnung kann nach folgender Formel erfolgen (72):

$$NBO/T = \frac{(4 \cdot X_T - 2 \cdot X_O)}{X_T} = \sum_{n=0}^{n=4} (4 - n) \cdot X_{Q^n} \quad (31)$$

Hierbei entsprechen X_T sowie X_O den atomaren Anteilen der in Tetraederform angeordneten Kationen (T) bzw. den derartig angeordneten Sauerstoffen (O). Des Weiteren ist n = Anzahl der Brückensauerstoffe und Q_n = Molenbruch der Brückensauerstoffe resp. Spezies Q .

3.2 Optische Methoden

3.2.1 Rasterelektronenmikroskopie (REM) mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX)

Das verwendete Rasterelektronenmikroskop ist ein EVO 50 XVP von Zeiss mit einer EDX-Einheit von Bruker axs mit XFlash Detektor 4010. Mit Hilfe des Rasterelektronenmikroskops können Oberflächen mit hoher Tiefenschärfe und in starker Vergrößerung abgebildet werden, so auch die Oberflächen der hier experimentell behandelten Glasproben.

Diese werden in der Regel besputtert (häufig mit Gold), um eine elektrische Aufladung im Vakuum während des Abrasterns zu vermeiden. Um weitere Untersuchungen zu ermöglichen und die Probe nicht zu zerstören, wurde bei den Untersuchungen der Glasproben in dieser Arbeit allerdings darauf verzichtet.

Mit Hilfe der EDX-Analyse ist eine Analytik von Materialien wie beispielsweise auch von sekundären Phasen und Ausfällungen auf der Glasoberfläche möglich. Die Atome werden durch einen Elektronenstrahl angeregt und senden daraufhin eine Röntgenstrahlung aus, die elementspezifisch ist.

3.2.2 Spektroskopie

Trifft ein Lichtstrahl schräg auf eine Glasoberfläche, kommt es zur Ablenkung, die durch das **Brechungsgesetz** erfasst wird:

$$n = c_0/c = \sin \alpha / \sin \beta \quad (32)$$

Wobei n die Brechzahl, c_0 die angenähert maximale Geschwindigkeit des Lichtstrahls, c die verringerte Geschwindigkeit, α und β die Winkel des Lichtstrahls zur Normalen in Luft bzw. im Glas darstellen (6). Beim Eintritt des Lichtstrahls in ein dichteres Medium wird der Winkel zur Normalen geringer, wenn $\alpha = 90^\circ$ erreicht kommt es hingegen zur **Totalreflexion** ($1/n = \sin \beta_{\text{total}}$).

Es dringt jedoch nicht das komplette Licht in das Glas ein, ein Teil wird an der Oberfläche reflektiert. Bei senkrechtem Einfall entspricht dies:

$$R = \left(\frac{n - 1}{n + 1} \right)^2 \quad (33)$$

Hierbei stellt R das Reflexionsvermögen dar, bei schrägem Lichteinfall ist R vom Einfallswinkel abhängig. Normale Gläser haben eine Brechzahl von etwa $n = 1,5$, Totalreflexion tritt bei $\beta = 42^\circ$ ein. Bei senkrechtem Lichteinfall beträgt das Reflexionsvermögen etwa 4 %, d. h. bei einem Glasplättchen oder Flachglas mit zwei Grenzflächen tritt insgesamt ein Reflexionsverlust von 8 % auf (6).

Eine weitere optische Eigenschaft von Gläsern ist die Transmissivität, also die Durchlässigkeit für einen Lichtstrahl. Dieser Eigenschaft liegt das **Lambert-Beer'sche Gesetz** zugrunde:

$$I/I_0 = 10^{-\epsilon c d} \quad \text{oder} \quad \log(I_0/I) = \epsilon c d \quad (34)$$

Wobei I_0 die initiale Intensität des Lichtstrahls, I die Intensität nach Durchtritt durch das Glas, d die Schichtdicke des Glases in [cm], c die Konzentration der absorbierenden Komponente in Mol pro Liter Glas sowie ε den molaren dekadischen Extinktionskoeffizienten in $l/(\text{mol cm})$ für eine bestimmte Wellenlänge darstellt (6).

Im Allgemeinen ist bei Gläsern der spektrale Bereich vom nahen Ultraviolett über den sichtbaren Bereich bis zum nahen Infrarot von Interesse. Die UV-Durchlässigkeit wird i. d. R. durch die sogenannte UV-Absorptionskante gekennzeichnet. Hierbei handelt es sich um die Wellenlänge, bei der eine 5 mm dicke Glasprobe noch eine Durchlässigkeit von 10 % oder 50 % hat (je nach Definition) (6).

3.2.2.1 UV-Bereich (250 – 380 nm)

Die Absorption im ultravioletten Bereich ist durch Wechselwirkungen des Lichts mit den Sauerstoffionen des Glases bedingt. Diese Wechselwirkungen treten umso leichter ein, je schwächer die O^{2-} -Ionen gebunden sind. Die Anwesenheit von Netzwerkwandlern im Glas bedingt jedoch die Ausbildung von Trennstellen mit einfach gebundenen O^{2-} -Ionen, was wiederum zu einer Verschiebung der UV-Absorptionskante in Bereiche höherer Wellenlänge führt. Einige Elemente haben ebenfalls eine starke Absorptionsbande im UV-Bereich, die die genannte Verschiebung noch überlagern kann. Besonders dreiwertiges Eisen hat diese Eigenschaft, schon wenige ppm Fe^{3+} können zu einer Kantenverschiebung beitragen (6).

3.2.2.2 sichtbarer-Bereich (380 – 780 nm)

Gläser mit den üblichen Netzwerkwandlern sind im sichtbaren Bereich farblos und somit sehr durchlässig. Die Elemente der Nebengruppenreihen können jedoch zu einer Färbung beitragen, wenn sie im Glas enthalten sind, besonders solche der vierten Reihe: Cu, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co und Ni. Bei diesen Elementen treten Elektronensprünge schon bei Licht geringer Energie auf, weshalb sie sichtbare Färbungen verursachen (6).

3.2.2.3 Naher (780 – 3000 nm) und mittlerer Infrarotbereich (4000 – 200 cm^{-1})

Auch im Infrarotbereich können einige Farbionen Absorptionsbanden hervorrufen, so beispielsweise das Fe^{2+} -Ion, dessen Bande bei 1060 nm zu finden ist. Ab 2500 nm treten in üblichen Gläsern Banden auf, die von der Zusammensetzung des Glases abhängig sind, so z.B. von im Glas gelöstem Wasser. Untersuchungen ergaben, dass die Bande um 3570 cm^{-1} den „freien“ OH-Gruppen zugeordnet werden muss, die langwelligere Bande um 2860 cm^{-1}

entsteht durch Wasserstoffbrückenbindung (74). Höhere Alkaligehalte haben eine Bande bei 2350 cm^{-1} zur Folge, da sich leichter bewegliche $[\text{SiO}_4]$ -Tetraeder bilden können. Ersetzt man hingegen das SiO_2 durch Al_2O_3 kommt es zu einer Abnahme der Bande bei 2860 cm^{-1} zugunsten der Bande bei 3570 cm^{-1} (6).

Die unterschiedlichen Einheiten tragen dem Umstand Rechnung, dass bis zu einer Wellenlänge von 3000 nm mit einem UV/Vis-Spektrometer gearbeitet wird, während für den mittleren Infrarotbereich ein FTIR-Spektrometer (ab 4000 cm^{-1}) zum Einsatz kommt.

3.2.2.4 UV/Vis Spektroskopie

Die UV/Vis Spektroskopie wird auch als Elektronenabsorptionsspektroskopie bezeichnet. Die Moleküle einer Probe werden durch elektromagnetische Wellen des sichtbaren und ultravioletten Lichts bestrahlt, wodurch Valenzelektronen angeregt werden.

Das hier verwendete Gerät Lambda 950 UV/Vis/NIR Spektrometer der Firma PerkinElmer deckt einen Wellenlängenbereich von 175 nm bis 3300 nm ab, dadurch wird zusätzlich der Infrarotbereich erfasst. Messungen wurden im Bereich von 250 nm – 2500 nm durchgeführt.

3.2.2.4.1 Solare Transmission, Streulicht und Reflexion

Die **solare Transmission** berechnet sich nach der Norm EN410 (75):

$$\tau_e = \frac{\int_{0,3}^{2,5} T_{gh}(\lambda) \cdot S_\lambda \cdot \Delta\lambda}{\int_{0,3}^{2,5} S_\lambda \cdot \Delta\lambda} \quad (35)$$

Hierbei bezeichnet τ_e den Strahlungstransmissionsgrad, T die Transmission sowie S das solar irradiance ASTM G173 Referenzspektrum (76), jeweils in Abhängigkeit von der Wellenlänge $\lambda = 300 - 2500\text{ nm}$. Diese Formel lässt sich ebenso auf die Messung der **Reflexion** übertragen.

Eine Messung des **Streulichts** ist durch die integrierte Sphäre (Ulbricht-Kugel) des Gerätes möglich. Hierbei wird lediglich das Licht gemessen, das nicht den direkten Weg zum Detektor findet, sondern wiederum von der weißen Sphäre zurückgeworfen wird. Für die Bestimmung der solaren Transmission sowie der Reflexion wird die Sphäre ebenfalls verwendet, sodass sowohl direkt als auch indirekt auf den Detektor treffendes Licht gemessen werden kann. So werden Verluste durch Brechung bzw. Streuung des Lichtes an der

Glasprobe vermieden und das gesamte durch die Probe hindurchtretende Licht kann gemessen werden.

3.2.2.4.2 Bestimmung von Fe^{2+} - und Fe^{3+} - durch UV/Vis-Spektrometrie

Die Konzentrationen der zwei Oxidationsstufen von Eisen, Fe^{2+} und Fe^{3+} sollen bestimmt werden. Eine einfache Methode, die außerdem zerstörungsfrei arbeitet, bietet die UV/-Vis-Spektroskopie, da Fe^{2+} und Fe^{3+} bei unterschiedlichen Wellenlängen zu Einbußen in der Transmission führen. Fe^{2+} hat hierbei den stärkeren Effekt und führt zu einer Eisenbande bei 1060 nm. Unter Anwendung des Lambert-Beer'schen Gesetzes kann nun der Extinktionsverlust $E = -\lg I/I_0$ abgelesen bzw. berechnet werden. Schließlich wird die Konzentration durch $c = E/\varepsilon d$ bestimmt. Hierbei gilt:

$$c_{\text{Fe}^{2+}} = \frac{-\lg \frac{I}{I_0}}{53,845 \cdot d} \quad [\text{mol/l}] \qquad c_{\text{Fe}^{3+}} = \frac{-\lg \frac{I}{I_0}}{4,857 \cdot d} \quad [\text{mol/l}] \qquad (36)$$

Für den Extinktionskoeffizienten ε werden entsprechende Literaturwerte eingesetzt:

$\varepsilon_{(\text{Fe}^{2+})}$ (1,05 μm Wellenlänge) = 53,845 l/(mol cm) und

$\varepsilon_{(\text{Fe}^{3+})}$ (0,38 μm Wellenlänge) = 4,857 l/(mol cm) (77).

Nach Traverse et al. liegt die Streuung des molaren Extinktionskoeffizienten $\Delta\varepsilon/\varepsilon$ bei 5-10 %.

Eine Schwierigkeit besteht in der Festlegung der Position von I_0 , da auch der höchste Transmissionswert bei einer Wellenlänge von 510 nm bei höherem Eisengehalt erniedrigt wird (vergl. Abbildung 17). Es ist daher nötig, I_0 bei einem nahezu eisenfreien Standard zu bestimmen. Zu diesem Zweck wurde die Probe FG22 herangezogen, die mit 53 ppm Eisen den geringsten Eisengehalt im Probenpool aufweist. Somit wurde I_0 mit 92 % Transmission festgelegt. Um einen Vergleich von Gläsern unterschiedlicher Dicke zu ermöglichen, wurden die Transmissionswerte entsprechend auf eine einheitliche Dicke von 2 mm normiert.

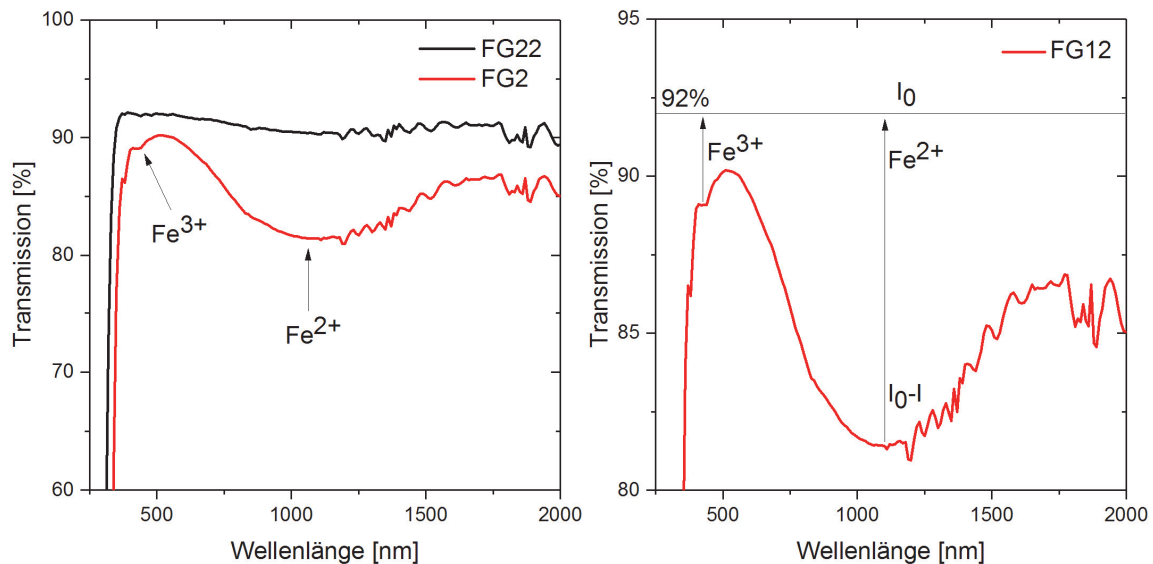


Abbildung 17: links: Beispielhafte Abbildung eines Glases mit sehr geringem Eisengehalt (Probe FG22) und damit verbundener höherer Transmission, sowie eines Glases mit höherem Eisengehalt (Probe FG2) und geringerer Transmission. Deutlich zu erkennen ist, dass besonders Fe^{2+} die Transmission reduziert. Rechts: Schema zum Ablesen von I und Berechnung der Extinktion nach $E = -\lg I/I_0$.

3.2.2.4.3 Farbmessung per UV/Vis Spektroskopie und per Spectrophotometer

Das Spektrometer erlaubt außerdem eine **Farbmessung**, welche besonders in Bezug auf den Eisengehalt interessant ist, der eine Blau- bzw. Grünfärbung des Glases verursacht. Zur Bestimmung der Farbe wurde der CIELAB 1976 Standard mit dem $L^*a^*b^*$ Farbraum herangezogen (78). Im CIELAB System werden alle Farben durch die Helligkeitsachse L^* (0 = schwarz und 100 = weiß) im Zusammenspiel mit der a^* -Achse (Grün-Rot-Achse) und der b^* -Achse (Gelb-Blau-Achse) dargestellt, wie Abbildung 18 verdeutlicht (79) (80) (81). Die Berechnung erfolgt nach folgender Formel:

$$\Delta E^* = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2} \quad (37)$$

wobei ΔE^* den mittleren Farbabstand zwischen gemessener Probe und einem Standard beschreibt. Darüber hinaus kann jede Farbe des Systems ebenso in Form von weiteren gegensätzlichen Koordinaten dargestellt werden. Dies beinhaltet die Helligkeit L^* , den Farbton und die Farbsättigung (82). Besonders bei hohen Werten der Farbsättigung führt das Modell aber oft zu sehr unterschiedlichen Werten (83), sodass im Jahr 1994 eine veränderte Formel vorgestellt wurde (84) (85):

$$\Delta E_{94} = \sqrt{\left(\frac{\Delta L^*}{k_L S_L}\right)^2 + \left(\frac{\Delta C_{ab}^*}{k_C S_C}\right)^2 + \left(\frac{\Delta H_{ab}^*}{k_H S_H}\right)^2} \quad (38)$$

ΔL^* , ΔC_{ab}^* und ΔH_{ab}^* ergänzen die CIELAB 1976 Farbunterschiede durch Helligkeit, Farbton und Farbsättigung. k_L , k_C und k_H sind Hintergrundfaktoren, S_L , S_C und S_H sind lineare Funktionen von C_{ab}^* . Die Werte der hier vorgenommenen Messungen: $k_L = k_C = k_H = 1$ (k_L und k_C sind durch den Benutzer definierbar, k_H ist fix); $S_L = 1$; $S_C = 1 + 0,045 \cdot C^*$; $S_H = 1 + 0,015 \cdot C^*$.

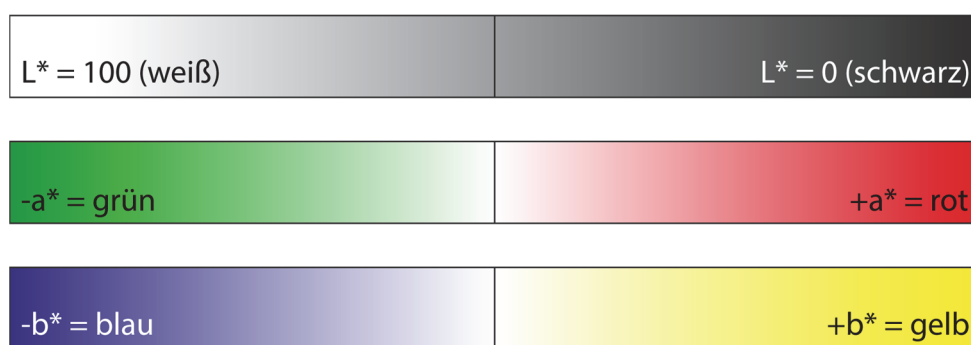


Abbildung 18: L*a*b* Farbschema mit den Achsen weiß ($L^* = 100$), schwarz ($L^* = 0$), grün ($-a^*$), rot ($+a^*$), blau ($-b^*$) und gelb ($+b^*$).

Die Untersuchungen in dieser Arbeit zielen vor allem auf die Frage ab, ob durch eine Farbmessung der Gläser schnell und unkompliziert Rückschlüsse auf deren Eisengehalt, bzw. sogar auf die Konzentration der zwei vorliegenden Wertigkeiten des Eisens (Fe^{2+} und Fe^{3+}) gewonnen werden können. Mit Hilfe eines Handmessgerätes wäre dies in der Praxis ohne Labor oder Probennahme direkt am Glas möglich. Das hier verwendete Handfarbmessgerät **Colorlite sph850 Spectrophotometer** wird mit der Farbmessung am stationären Gerät Lambda 950 UV/VIS/NIR Spectrophotometer (PerkinElmer) verglichen. Alle Proben werden am Handgerät auf 5 übereinander gelegten Seiten weißem handelsüblichen 80g/m^2 Druckerpapier als Hintergrund gemessen, dieses Papier wurde auch als Standard verwendet. Diese Variante wurde dem beiliegenden Weißstandard vorgezogen, da dieser sehr klein ist und somit große Probenstücke nicht ohne weiteres aufgelegt werden können. Die Messung soll außerdem möglichst simpel gestaltet werden. Durch Verwendung von normalem Papier als Messhintergrund können Proben ohne weitere Vorbereitung (Probenpräparation wie schneiden oder brechen), senkrecht oder horizontal gelagert gemessen werden. Da es sich um transparente Glasproben handelt, wird der Raum zur Messung abgedunkelt, um Quellen für seitlichen Lichteinfall möglichst auszuschließen.

3.2.2.5 FT-IRRS-Spektroskopie

Die Fourier-transformierte Infrarot-Reflexionsspektroskopie (gebräuchlich ist auch die Bezeichnung Infrarot-Reflexions-Absorptions-Spektroskopie, IRRAS oder auch RAIRS) ist eine Methode zur Untersuchung sehr dünner Schichten auf der Glasoberfläche, die seit Jahrzehnten bekannt ist. Clark et al. wandten sie bereits 1979 erfolgreich in ihrem Standardwerk *Corrosion of Glass* an (26).

Ihr Prinzip basiert auf dem streifenden Einfallswinkel von $> 80^\circ$, in welchem das Licht auf die Probe trifft. Durch diesen Winkel ist es möglich, sehr dünne Schichten von wenigen Ångström zu messen. In diesem spezifischen Messaufbau ist von einer Eindringtiefe von ca. $1\text{ }\mu\text{m}$ auszugehen, bis der Strahl wieder reflektiert wird. Im Gegensatz dazu steht die reguläre FT-IR-Spektroskopie, bei der die Probe (wenn sie denn durchlässig ist wie z.B. Glas) komplett vom Lichtstrahl durchdrungen wird. Mit Hilfe der FT-IRRS-Spektroskopie können Bandverschiebungen als Folge der Korrosion und Neubildungen von Banden durch Entstehung von sekundären Phasen auf der Probenoberfläche sichtbar gemacht werden. Nach Innocenzi sind die IR-Spektren silicatischer Materialien durch drei Hauptabsorptionsbanden gekennzeichnet, die verschiedene Schwingungen der Si-O-Si Bindungen darstellen. Dies kann als „Silicat-Fingerprint“ bezeichnet werden (86). Diese drei „transverse optical modes“ (TO_{1-3}) sind bei $\sim 460\text{ cm}^{-1}$, $\sim 800\text{ cm}^{-1}$ sowie $\sim 1070\text{ cm}^{-1}$ lokalisiert. Eine typische Eigenschaft von Silicatglas ist die Aufspaltung in *longitudinal optical modes* (LO) und *transverse optical modes* (TO), die auf Coulomb'sche Bindungen zurückzuführen sind. Alle drei TO-Banden zeigen diese Aufspaltung, jedoch ist sie nur bei TO_3/LO_3 wirklich sichtbar, indem LO_3 ($\sim 1250\text{ cm}^{-1}$) mit der Schulter von TO_3 ($\sim 1070\text{ cm}^{-1}$) im Bereich höherer Wellenlängen assoziiert ist. Messungen mit senkrechtem Einfall des Lichts zeigen diese LO-Banden nicht (86). Die Intensität der LO-Bande bei $\sim 1250\text{ cm}^{-1}$ steigt bei zunehmender Porosität der Glasoberfläche, da das Licht in den Poren gestreut und somit die *longitudinal optical modes* aktiviert werden. Nimmt die Rauheit der Probe jedoch stark zu, nimmt die Intensität der gesamten Reflexionskurve daraufhin ab, teilweise so stark, dass keine eindeutigen Aussagen mehr getroffen werden können. Durch das Fortschreiten der Korrosion und die damit verbundene Herauslösung von Netzwerkwandlern aus dem Netzwerk nimmt die Intensität von TO_3 ab, während die nächste NBO-Bande bei $\sim 960\text{ cm}^{-1}$ an Intensität zunimmt: es kommt zum sogenannten „decoupling“ (87) (26).

Tabelle 1: IR- bzw. IRRS-Absorptionsbanden der Molekülgruppen (Deformationsschwingung = Biegeschwingung = bending; Streckschwingung = Valenzschwingung = stretching)

Wellenzahl cm^{-1}	Schwingungen	Quelle
3673	OH-Streckschwingung von SiOH (Silanolgruppen)	(88)
3600	OH-Streckschwingung von SiOH (Silanolgruppen)	(88)
3510	OH-Streckschwingung von Silanol (durch Wasserstoffbrückenbindung an weitere Silanolgruppen gebundenes Wasser (BO))	(88)
3450	Asymmetrische und symmetrische Streckschwingung von molekularem Wasser (H_2O) im Glas	(88)
3225	H_2O (H-O-H) Deformationsschwingung von molekularem Wasser (Siehe auch 1611 cm^{-1})	(88)
2860	H-O-H Wasserstoffbrückenbindung	(6)
1660-1620	$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ Schwingung	(89)
1611	H_2O (H-O-H) Deformationsschwingung (freies Wasser sowie durch Wasserstoffbrückenbindung an Silanolgruppen gebundenes Wasser (BO))	(88)
1410-1340	NO_3^- Schwingung	(89)
1200	LO: „Longitudinal optical vibrations“ Brückensauerstoffe, antisymmetrische Schwingung	(90) (86)
1150	O-Streckschwingung	(91)
1130-1080	SO_4^{2-} Schwingung	(89)
1075	Si-O-Si-Streckschwingung	(91)
	TO: „Transverse optical vibrations“, Nichtbrückensauerstoffe Si-O- Schwingungen	(90) (86)
964	Si-O- Deformationsschwingung von O_3SiOH , SiO Streck- schwingung von Nichtbrückensauerstoffen	(88)
944	SiO Streckschwingung (durch Wasserstoffbrückenbindung an weitere Silanolgruppen gebundenes Wasser (BO))	(88)
872	Si-O-H-Deformationsschwingung (Si-H Deformationsschwin- gungen)	(88)
800	Si-O-Si-Deformationsschwingung	(91)
860-800	NO_3^- Schwingung	(89)
750	3-gliedriger Siloxan-Ring Si_3O_9	(92)
680-610	SO_4^{2-} Schwingung	(89)
600-550	4-gliedriger Ring (Siloxan-Skelettschwingung)	(92)
465	Si-O-Si-Deformationsschwingung	(91)

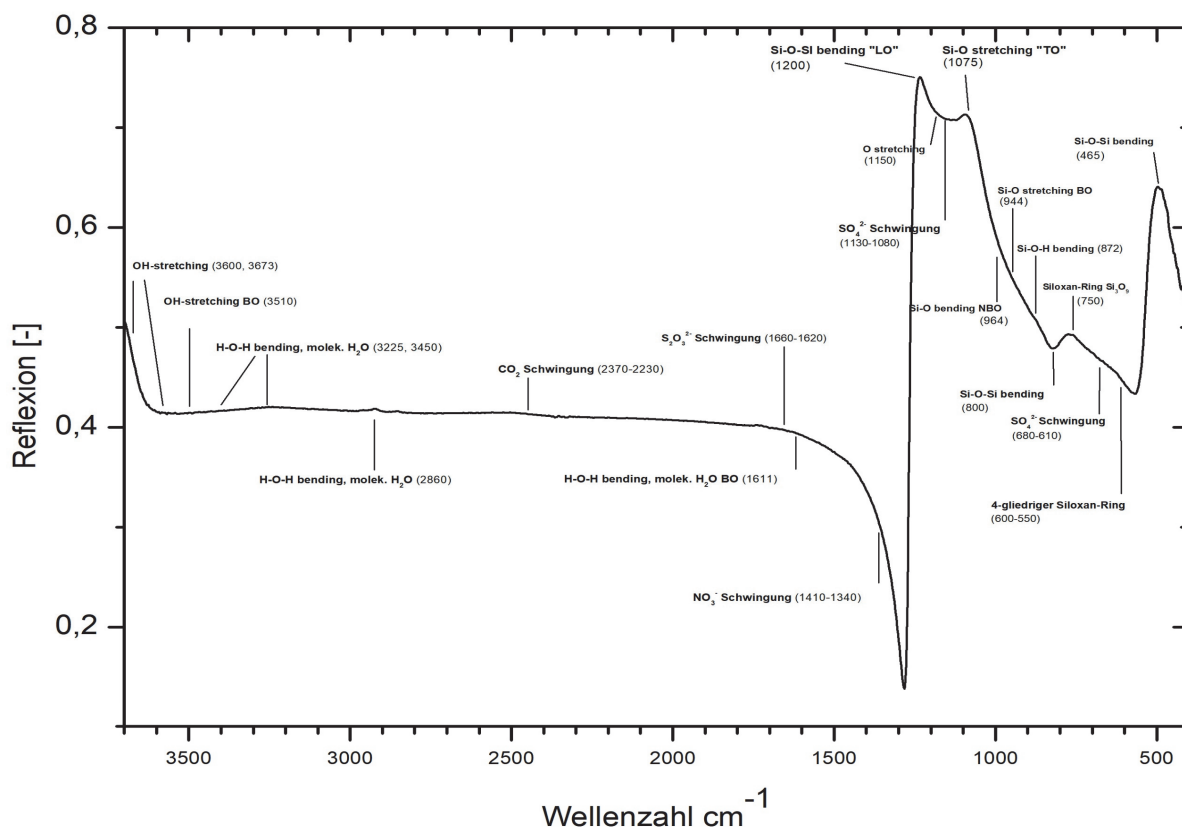


Abbildung 19: Absorptionsbanden der Molekülgruppen und deren Schwingungen entsprechend Tabelle 1 am Beispiel eines Standard-Floatglases, gemessen per IRRS-Spektrometrie.

3.2.3 3D Laserscanning Mikroskopie

Für die bildgebende Analyse der Proben wurde das 3D-Laserscan-Farbmikroskop VK-9700 von Keyence verwendet. Die Bildaufnahme erfordert keine Probenpräparation (Bedampfung o. ä.) und es kann an Luft anstatt im Vakuum gemessen werden, was die Messzeit bzw. Vorbereitungszeit deutlich reduziert.

Das VK-9700 hat eine laterale Auflösung von 1 nm und verfügt über die sogenannten OTC (Optimized Texture Contrast & Color) und DIC (Differential Interference Contrast) Modi, die eine Betrachtung von sehr feinen Strukturen auf der Oberfläche der Probe ermöglichen (93). Die Oberfläche wird mit Hilfe eines Lasers abgerastert und die gewonnene Information in ein Bild umgewandelt. Darüber hinaus kann je nach gewähltem Objektiv mit bis zu 150-facher Vergrößerung mikroskopiert werden. Dies ermöglicht auch einen gewissen Tiefeneinblick durch transparente Schichten, wie es mit einem REM nicht möglich wäre. Die Kombination aus der Farbinformation des Mikroskopbildes und der Oberflächentexturinformation aus dem Laserscanbild ermöglichen eindrucksvolle Probendarstellungen.

3.2.3.1 Rauheit R_a

Rauheitsmessungen der Oberflächen wurden mit dem VK-9700 durchgeführt. Hierbei wurde ein Quadrat mit einer Kantenlänge von 50 μm gewählt. Die Rauheit wird hierbei als arithmetisches Mittel der Höhenabweichung berechnet, der sogenannte Mittenrauwert ist nach DIN EN ISO 4287:2010 genormt.

3.3 Analytische Methoden

3.3.1 Sekundär-Neutralteilchen-Massenspektrometer (SNMS)

Bei der Sekundär-Neutralteilchen-Massenspektrometrie handelt es sich um ein oberflächenanalytisches Verfahren, welches die quantitative Analyse dünner leitenden und nichtleitenden Schichten, aber auch die sehr genaue Auflösung von Tiefenprofilen im Nanobereich ermöglicht. Hierbei können mehrere Elemente gleichzeitig erfasst werden. Durch Ionenbeschuss im Krypton-Plasma werden aus der Oberfläche Atome oder Moleküle herausgelöst, die als Neutralteilchen emittiert werden. Diese werden wiederum mit Hilfe eines Detektors erfasst (94).

In der vorliegenden Arbeit wurde die Methode zur Erstellung von Tiefenprofilen an Glasproben bis in eine Tiefe von 4000 nm verwendet. Das hierbei verwendete Gerät hat die Bezeichnung INA-X (Specs GmbH, Berlin). Dieses Gerät ermöglicht eine Tiefenauflösung von bis zu 1 nm und kann maximal 16 Elemente zur gleichen Zeit messen.

3.3.2 Laserablations-Induktiv gekoppeltes Plasma-Massenspektrometrie (La-ICPMS)

La-ICPMS ist eine analytische Methode mit hoher Genauigkeit zur qualitativen und quantitativen Elementanalyse. Zunächst werden durch Laserablation feine Partikel an der Probenoberfläche erzeugt. Diese werden dann im Plasma ionisiert und im Massenspektrometer-Detektor analysiert. Mit dieser Methode ist sowohl eine Vollanalyse eines Materials als auch ein Elementmapping oder die Erstellung von Tiefenprofilen möglich. Die Nachweisgrenzen liegen für die meisten Elemente bei 0,01 – 0,1 ng/ml, bei steigender Atommasse nimmt die Empfindlichkeit des Gerätes zu. Die Proben werden in Pulverform (gemahlen und gesiebt) mit einer Korngröße von 70 – 120 µm gemessen, benötigt wird je Probe etwa 1 g Probenmaterial.

Verwendet wurde ein 10 Hz GeoLas ArF Excimer Laser mit 193 nm Wellenlänge (Compex 110, Lambda Physik), einer Spotgröße von 120 µm und einer Eindringtiefe von etwa 500 µm. Das Material wurde anschließend im Massenspektrometer (Perkin Elmer DRC II) analysiert. Mithilfe des Kalibrationsmaterials NBS610 (NIST, USA) mit dem internen Standardelement ²⁹Si wurden die gemessenen Intensitäten dann in Konzentrationen umgerechnet.

3.3.3 Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA)

Die Röntgenfluoreszenzanalyse ist eine häufig angewandte Methode zur quantitativen und qualitativen Bestimmung der Zusammensetzung einer Probe, da zerstörungsfrei gearbeitet werden kann und keine Aufschlüsse benötigt werden. Die Nachweisgrenze liegt bei einigen Elementen bei 1 ppm, kann aber auch bei 100 ppm liegen. Die Probe wird durch Strahlung angeregt, wobei Elektronen der inneren Schalen herausgeschlagen werden. Dabei wird Energie in Form von elementspezifischer Fluoreszenzstrahlung frei, die wiederum von einem Detektor aufgefangen wird und analysiert werden kann.

Für diese Arbeit wurden Messungen an Schmelzaufschlusstabletten am Röntgenfluoreszenzspektrometer S4 Pioneer (Bruker AXS GmbH, Karlsruhe) durchgeführt. Es handelt sich um ein wellenlängendispersives 4 kW-Röntgenfluoreszenzspektrometer (WDRFA). Diese Art der Messung ist deutlich genauer als die energiedispersive Röntgenfluoreszenzanalyse (EDRFA), sodass auch nahe zusammenliegende Peaks noch aufgelöst werden können.

3.3.3.1 Chemische Zusammensetzung der Proben – Vergleich der Messmethoden

Man muss bei den vorliegenden Proben davon ausgehen, dass der sehr geringe Eisen-Anteil der Gläser nicht mit jeder Methode exakt zu bestimmen ist. Es werden daher beide Messmethoden, RFA und La-ICPMS, angewandt und die Ergebnisse miteinander verglichen. Es zeigt sich, dass die La-ICPMS-Messung verlässlichere Ergebnisse im ppm-Bereich liefert, darüber hinaus ist auch eine recht genaue Vollanalyse aller weiteren Elemente möglich.

Für Siliziumdioxid (SiO_2) liefert die La-ICPMS im Vergleich zur RFA deutlich erhöhte und vermutlich überbestimmte Werte. Dies lässt sich darauf zurückführen, dass die La-ICPMS besonders für die Bestimmung geringer Elementmengen ausgelegt ist und in Bereichen von höheren Gewichtsanteilen ihre Schwäche hat. Bei Aluminiumoxid hingegen sind die Werte deutlich konsistenter. Eine genaue Bestimmung des Eisengehaltes der Gläser gestaltet sich hingegen schwierig. Trotzdem ist dieser Wert sehr entscheidend, um die Eigenschaften der Gläser in Bezug auf die Transmission und weitere optische Eigenschaften zu bestimmen, da bereits geringe Fe-Gehalte zu einer sichtbaren Färbung der Gläser führen. Eine erste Messung mit der Mikrosonde erwies sich als sehr fehlerbehaftet, da die Nachweisgrenze der Mikrosonde zwischen 0,01 und 0,08 Gew% liegt. Bei Fe-Gehalten, die erwartungsgemäß bei $> 0,01$ Gew% liegen sollten, ist diese Messmethode augenscheinlich wenig zielführend. Eine Messung per La-ICPMS mit einer Nachweisgrenze von deutlich unter 0,5 ppm bringt hingegen sehr gute Ergebnisse, sodass im weiteren Verlauf mit diesen Messergebnissen zur chemischen Zusammensetzung gearbeitet wird (vergl. Absatz 4.1.).

3.4 Klimaexperimente

3.4.1 Probenmaterial

Für die Korrosionsexperimente wurden handelsübliche, im Floatverfahren hergestellte Flachgläser verwendet (vergl. Abschnitt 1.3). Überwiegend handelte es sich hierbei um eisenarme Gläser, die vorrangig in der Solarindustrie verwendet werden, per Definition dürfen diese < 100 ppm Fe enthalten (41). Drei der untersuchten Gläser haben diesen Wert deutlich überschritten und können somit nicht als eisenarme Gläser bezeichnet werden. Insgesamt 17 verschiedenen Gläser von Herstellern weltweit wurden auf Ihre Zusammensetzung sowie ihre mechanischen und chemischen Eigenschaften untersucht. Umfangreiche Listen mit Probennummern, chemischer Zusammensetzung und weiteren Parametern der untersuchten Gläser befinden sich in Anhang A. Für Klimaexperimente wurden die Proben mit einem Glasschneider zugeschnitten und gebrochen. Zur Reinigung flacher Floatglasscheiben wurde lediglich handelsübliches Geschirrspülmittel mit Leitungswasser verwendet, anschließend wurde mit destilliertem Wasser gespült und mit Ethanol nachbehandelt. Auf Anätzen oder ähnliche stark oberflächenverändernde Methoden wurde verzichtet.

3.4.2 Damp-Heat-Test im Klimaschrank (85/85)

Im Klimaschrank wurde sowohl die Verwitterung durch den Damp-Heat-Test als auch der gekoppelte Verwitterungs-Auslaugungsmechanismus durch Befeuchtung/Abtrocknung während einer zyklischen Kondensation mithilfe eines Peltier-Elements simuliert.

Die europäische Norm DIN EN 61215 regelt die Bauartzertifizierung von Photovoltaik-Modulen. Neben Tests zur Lichtdurchlässigkeit, UV- sowie Temperaturbeständigkeit beinhaltet diese Norm auch die sogenannte „Feuchte/Wärme Prüfung“, den *Damp-Heat-Test*. Hierbei soll die Eignung des PV-Moduls, der Wirkung von langzeitigem Eindringen von Luftfeuchtigkeit standzuhalten, überprüft werden (95). In Anlehnung an diese Methodik wurde in dieser Arbeit der Damp-Heat-Test im Klimaschrank durchgeführt. Es gelten laut DIN EN 61215 folgende Parameter:

- Prüftemperatur: 85 ± 2 °C
- Relative Prüffeuchte: 85 ± 5 %
- Prüfdauer: 1000 h

Lediglich die Prüfdauer wurde im aktuellen Versuch variiert und lag bei 24 bis 600 Stunden. Eine Zusammenfassung aller verwendeten Parameter befindet sich in Tabelle 2.

Tabelle 2: Zusammenfassung der Parameter des Damp-Heat-Tests (85/85 Test) im Klimaschrank.

Parameter des Damp-Heat-Tests im Klimaschrank					
ProbenNr.	Dauer (Tage)	Temperatur (°C)	Luftfeuchte (%rF)	Position	Größe (cm)
FG8, FG26	1, 3, 5, 7, 10, 15, 20, 25	85 ± 2	85 ± 2	Bis zu 5 Proben gleichzeitig horizontal mit der Luftseite nach oben gelagert.	5 x 5

Die Glasproben mit einer Größe von ca. 5 x 5 cm werden flach d. h. horizontal mit der Luftseite nach oben im Klimaschrank gelagert. Der Hersteller des Gerätes (Espec Bench-Top SH-241) stellt hierfür einhakbare Ablagegitter zur Verfügung, ähnlich eines haushaltsüblichen Rosts im Backofen. Durch die Vibrationen der Lüftung neigen die Proben jedoch dazu, herunterzufallen. Um dies zu vermeiden, wurden kleine Schälchen aus fester Aluminiumfolie um die Proben herumgebogen. Auf diese Art und Weise können bis zu 5 Proben gleichzeitig nebeneinander dem Damp-Heat-Test ausgesetzt werden.

3.4.3 Zyklischer Kondensationstest mithilfe eines Peltier-Elements (TEC)

Das verwendete Peltier-Element besteht insgesamt aus 127 Thermopaaren. Das Element wird durch sogenanntes *Sealing*, also einen externen Schutz gegen das Eindringen von Feuchtigkeit geschützt. Hierbei wird ein Verschluss aus Silikon entlang der Außengeometrie angebracht. Wegen der hohen Elastizität empfiehlt sich dieser Schutz bei zyklischen Anwendungen und ist außerdem bei Niedrigtemperaturanwendungen (-40 °C bis $+180\text{ °C}$) vorzuziehen (96).

Das gesamte thermoelektrische Kühlelement (TEC) besteht aus den Komponenten Peltier-Element, Wärmeableitung und Aluminium-Temperaturmesselement, die sich im Inneren der Probenkammer des Klimaschranks befinden. Dieser Aufbau ist mit den entsprechenden Kabeln durch eine Durchlassöffnung in der Außenwand des Klimaschranks mit einem Ventilator zur Kühlung, der sich außerhalb der Prüfkammer befindet und der Wärmeableitung dient, sowie des Weiteren mit der Stromversorgung verbunden. Die Steuerung der Apparatur befindet sich extern auf dem Klimaschrank. Das TEC ist völlig unabhängig vom Klimaschrank steuerbar. Ein Schema des Aufbaus und der Funktionalität ist in Abbildung 20 dargestellt.

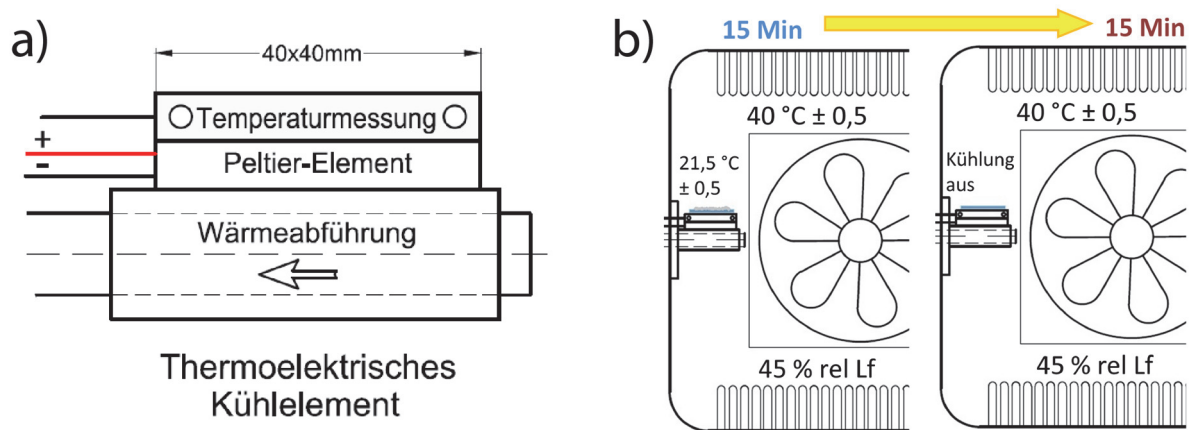


Abbildung 20: a) Aufbau des TEC innerhalb des Klimaschranks. Das Peltier-Element selbst hat eine Größe von $4 \times 4 \times 0,5$ cm. b) TEC im Klimaschrank Espec Bench-Top SH-241. Die Prüfkammer hat die Abmessung $30 \times 30 \times 25$ cm, Nutzraumvolumen 22,5 l. Die Kühlung wird jeweils für 15 Minuten eingeschaltet, wonach sie für 15 Minuten ausgeschaltet wird. Dadurch werden Kondensations- bzw. Trocknungszyklen erzeugt.

Die Glasprobe wird auf die Aluminiumplatte (Temperaturmesselement) im Inneren des Klimaschranks aufgelegt. Die Probengröße richtet sich nach der vorgegebenen Größe der Platte und beträgt 4×4 cm. Da es an den Rändern jedoch zu verringerter Kondensation durch einen Abfall im Wirkungsgrad kommt, stehen nach Abschluss eines Experiments etwa 2×2 cm für Messungen zur Verfügung. Die Temperatur des Peltier-Elements kann über die Soll-Temperatureinstellung am Steuerungsmodul eingestellt werden, die dann neben der Ist-Temperatur angezeigt wird. Durch den Einsatz des Peltier-Elements kommt es zur Kondensation auf der Glasprobe. Hierbei liegt die Temperaturdifferenz zur Umgebung bei etwa $\Delta 20\text{ °C}$. Der Verlauf eines Zyklus ist in Abbildung 21 schematisch dargestellt.

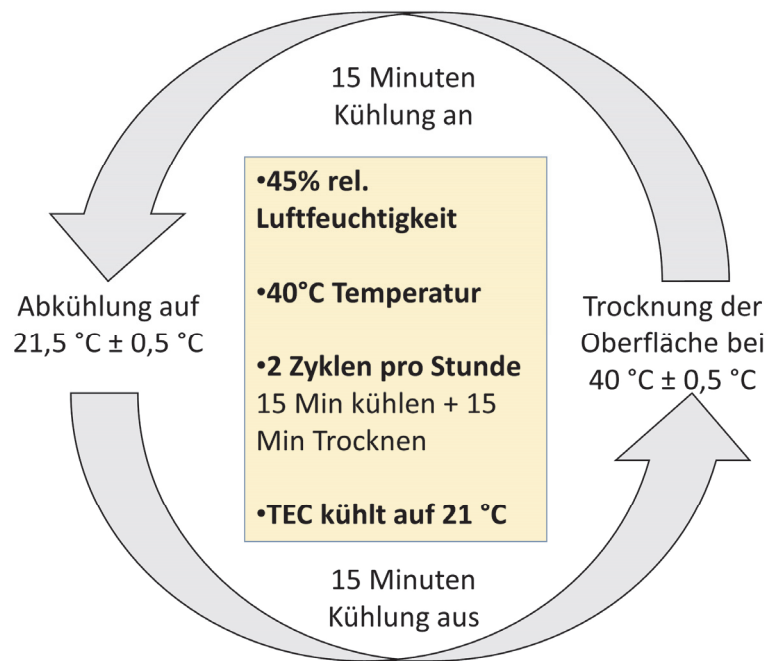


Abbildung 21: Zyklischer Ablauf des Experiments. Für einen Zeitraum von $d = 15$ min wird das Peltier-Element eingeschaltet, es kommt zur Kondensatbildung auf der Probe durch Abkühlung der Probe um $\Delta t \sim 20$ °C. Für weitere 15 Minuten wird die Kühlung abgeschaltet, damit eine Abtrocknung der Oberfläche stattfinden kann, die Probe erwärmt sich erneut auf Innenraum-Temperatur $t = 40$ °C. Nach diesem Verfahren sind insgesamt 2 komplette Zyklen pro Stunde möglich.

3.4.4 Langzeitversuch über 500 Tage in verschiedenen Lösungen

Ein Langzeit-Korrosionsexperiment wurde über einen Zeitraum von 500 Tagen (12.000 Stunden) durchgeführt. Hierbei wurden Glasproben von etwa 2 x 8 cm Größe in Nalgene-Gefäße gestellt, so dass etwa eine Hälfte der Probe in der Lösung und die andere Hälfte in der Wasserdampfzone oberhalb der Lösung seinen Platz fand (vergl. Abbildung 22). Die Luftseite der Probe zeigte dabei jeweils nach oben. Für den Langzeitversuch wurden drei verschiedene Lösungen verwendet, die genauen Zusammensetzungen können Tabelle 4 entnommen werden. Es handelte sich hierbei um deionisiertes Wasser, künstliches Meerwasser sowie Natriumsulfatlösung. Alle drei Lösungen spielen eine große Rolle bei der Verwitterung und Auslaugung von Gläsern unter atmosphärischen Bedingungen (vergl. Absatz 2.1.2).

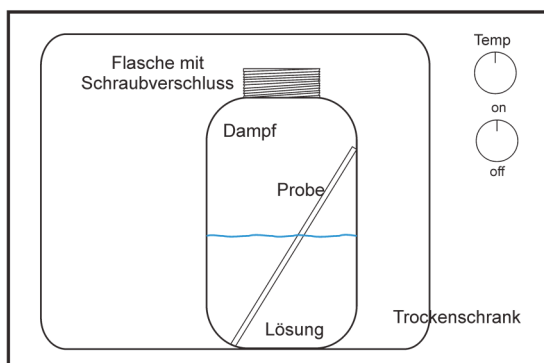


Abbildung 22: Schematischer Aufbau des Langzeitexperiments: Die Glasprobe von 2 x 8 cm Größe steht schräg im Gefäß, sodass sie sich jeweils zur Hälfte in der Lösung bzw. im Dampf befindet. Das Gefäß ist fest verschlossen und steht im Trockenschrank, der auf die entsprechende Temperatur des Experiments eingestellt ist.

Es wurden 5 verschiedene Temperaturstufen gewählt: 4 °C, 20 °C, 60 °C, 85 °C und für die Meerwasserlösung zusätzlich noch 105 °C. Die Experimente bei 105 °C wurden in Autoklaven durchgeführt, in denen die Proben jeweils komplett mit Wasser bedeckt waren, eine Dampfzone gab es somit nicht. In diesem Fall handelte es sich bei dem Lösungsexperiment um einen statischen Versuch, da die Lösung nicht ausgetauscht wurde.

Bei den Wasserdampfexperimenten kann man bei geringeren Temperaturen (4 °C und 20 °C) ebenfalls von einem statischen Experiment sprechen, da eine starke Kondensatbildung und somit der Ablauf von Tröpfchen nahezu ausgeschlossen werden kann. Bei höheren Temperaturen (60 °C und 85 °C) ist hingegen von ablaufendem Kondensat (*runoff*) auszugehen, es kann also als nicht-statisches Experiment angesehen werden.

Bei keiner der Proben wurde die Lösung im Verlauf des Experiments ausgetauscht.

Das in dieser Arbeit verwendete künstliche Meerwasser enthält gemittelte Werte der üblichen Mineralienzusammensetzung der Ozeane, um deren Eigenschaften im Labormaßstab nachzustellen und zu untersuchen. Künstliches Meerwasser wurde bereits 1967 von Kester et al. zu experimentellen Zwecken hergestellt (97), heute verwendet man den *International Standard for making Artificial Seawater (ASTM D1141-98)* (98), an den sich die Zusammensetzung der in dieser Arbeit verwendeten Lösung anlehnt. Verzichtet wurde lediglich auf Zugabe sehr gering konzentrierter Spurenelementverbindungen wie Strontiumchlorid, Borsäure oder Kaliumbromid.

Die Natriumsulfatlösung enthält die gleiche Menge Na_2SO_4 , die auch im künstlichen Meerwasser enthalten ist, jedoch ist sie frei von allen weiteren Ionen.

Tabelle 3: Parameter des Langzeitversuchs über 500 Tage.

Parameter des Langzeitversuchs über 500 Tage					
ProbenNr.	Dauer (Tage)	Temperatur [°C]	Lösungen	Position	Größe [cm]
FG1, FG8, FG9, FG10	500	4 ± 2 , 20 ± 2 , 60 ± 2 , 85 ± 2 , (105 ± 2)	H_2O , Na_2SO_4 , künstliches Meerwasser	Probe steht leicht schräg im verschlossenen Gefäß, sodass sich jeweils der untere Teil in Lösung und der obere Teil in Dampfzone befindet	ca. 2 x 8

Tabelle 4: Zusammensetzungen der wässrigen Lösungen des Langzeitversuchs. Das deionisierte Wasser enthält keine Ionen, während der Natriumsulfatlösung die Verbindung Na_2SO_4 in der Menge zugesetzt wurde, in der sie auch im künstlichen Meerwasser vorzufinden ist.

Zusammensetzung der wässrigen Lösungen		
deionisiertes Wasser [g/l]	künstliches Meerwasser [g/l]	Natriumsulfatlösung [g/l]
1000 H_2O	959,463 H_2O 3,36 Na_2SO_4 23,92 NaCl 10,8 $\text{MgCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$ 1,5 $\text{CaCl}_2 \times 2\text{H}_2\text{O}$ 0,762 KCl 0,194 NaHCO_3 0,002 NaF	996,64 H_2O 3,36 Na_2SO_4

Durch den Aufbau ergeben sich spezifische Verhältnisse von exponierter Glasoberfläche (SA) zur Lösung (V). SA/V liegt bei den Glasproben im Bereich von $0,1 - 0,4 \text{ cm}^{-1}$, lediglich zwei Proben (FG9 und FG10 in Meerwasser bei $105 \text{ }^{\circ}\text{C}$) haben Werte von $> 0,5 \text{ cm}^{-1}$. Alle Proben weisen jedoch einen $\text{SA/V} < 1 \text{ cm}^{-1}$ auf, liegen also im üblichen Bereich derartiger Lösungsexperimente, sodass nicht von einer stark erhöhten Korrosion auszugehen ist. Bei der Berechnung wurde lediglich der untere direkt in Lösung befindliche Bereich der Glasprobe mit einbezogen. Kleine Schwankungen des Wasserstandes durch Kondensationsvorgänge führen zu einem Fehler bei $60 \text{ }^{\circ}\text{C}$ und $85 \text{ }^{\circ}\text{C}$ von $\pm 0,07 \text{ cm}^{-1}$, bei allen weiteren Temperaturen liegt dieser bei etwa $\pm 0,02 \text{ cm}^{-1}$. Einen Überblick gibt Abbildung 23, die exakten Werte befinden sich im Anhang C.2 Tabelle 28.

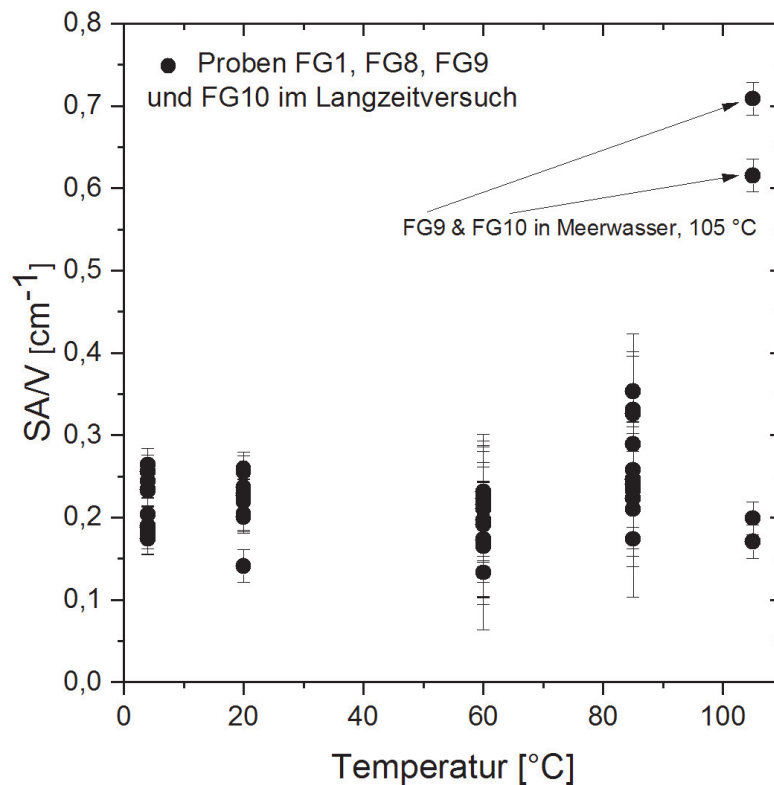


Abbildung 23: SA/V der Proben im Langzeitversuch über 500 Tage (unterer Bereich in Lösungszone).

4 Ergebnisse

4.1 Ausführliche Evaluierung der Ausgangsgläser

Die 17 Ausgangsgläser verschiedener internationaler Hersteller wurden auf ihre chemische Zusammensetzung sowie auf ihre physikalischen Eigenschaften untersucht. Eine Zusammenstellung aller gewonnenen Messwerte befindet sich in Anhang A.

4.1.1 Chemische Zusammensetzung und volumetrische Eigenschaften

Die chemische Zusammensetzung wurde sowohl per RFA als auch per La-ICPMS bestimmt (vergl. Absatz 3.3.2 und 3.3.3). Abbildung 24 zeigt, dass für SiO_2 per RFA in der Größenordnung um ~ 3 Gew% niedrigere Werte ermittelt wurden als per La-ICPMS. Die Messwerte für Al_2O_3 stimmen hingegen sehr gut überein. Dies lässt sich darauf zurückführen, dass die La-ICPMS besonders für die Bestimmung geringer Elementmengen ausgelegt ist und in Bereichen von höheren Gewichtsanteilen ihre Schwäche hat.

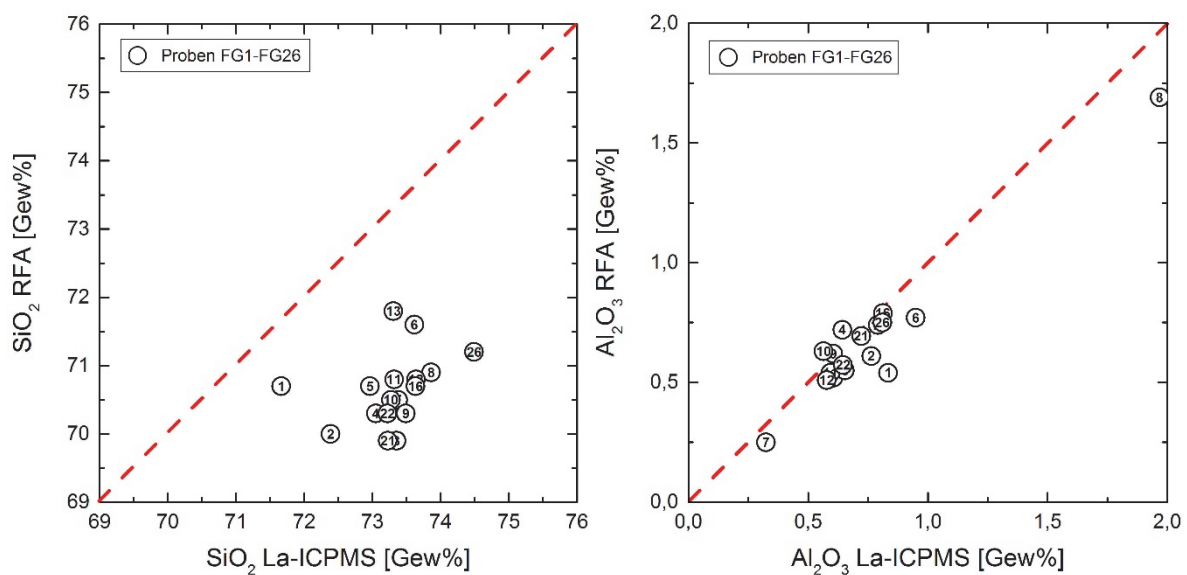


Abbildung 24: Vergleich der Messdaten aus RFA und La-ICPMS für SiO_2 (links) und Al_2O_3 (rechts). Per La-ICPMS konnten die geringen Konzentrationen von Al_2O_3 gleichwertig zur RFA-Messung bestimmt werden, während SiO_2 in seinen deutlich höheren Anteilen leicht überbestimmt wird.

Abbildung 25 zeigt, dass Elemente in mittleren Konzentrationen, in diesem Fall NaO und CaO, durch die RFA in ~ 1 Gew% höheren Anteilen bestimmt werden, als durch die Messung der La-ICPMS. Dagegen zeigt Abbildung 26, dass bei den sehr geringen Konzentrationen von MgO sowie K_2O die Werte beider Messungen wiederum kaum voneinander abweichen.

Aufgrund dieser Messergebnisse wurden im Verlauf der Arbeit die mit La-ICPMS bestimmten Zusammensetzungsanteile verwendet.

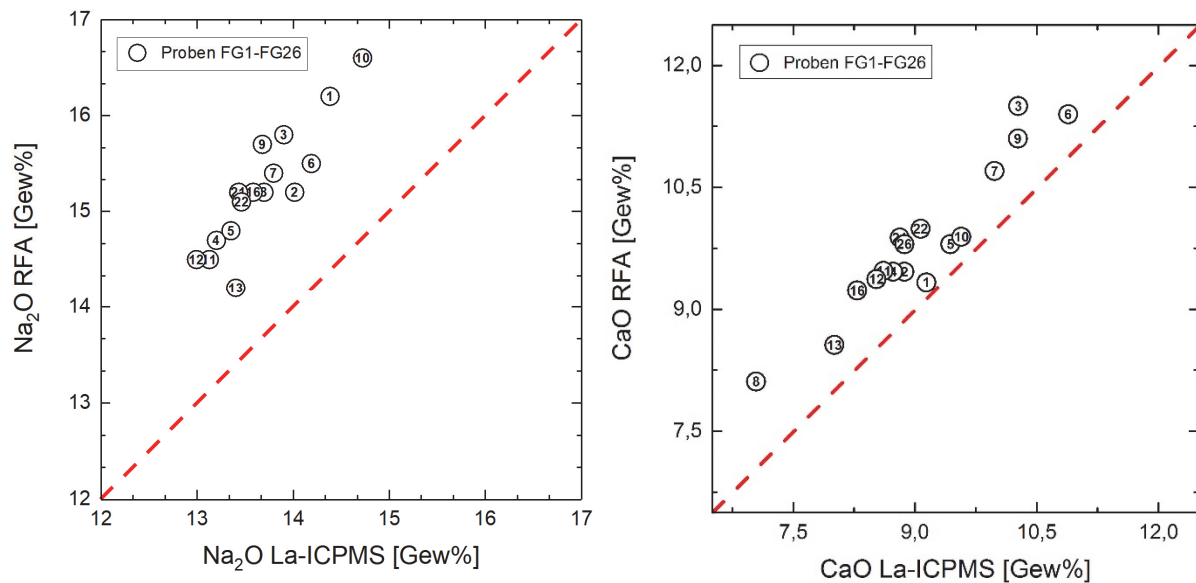


Abbildung 25: Vergleich der Messdaten aus RFA und La-ICPMS für Na₂O (links) und CaO (rechts). Beide Oxide werden per RFA überbestimmt.

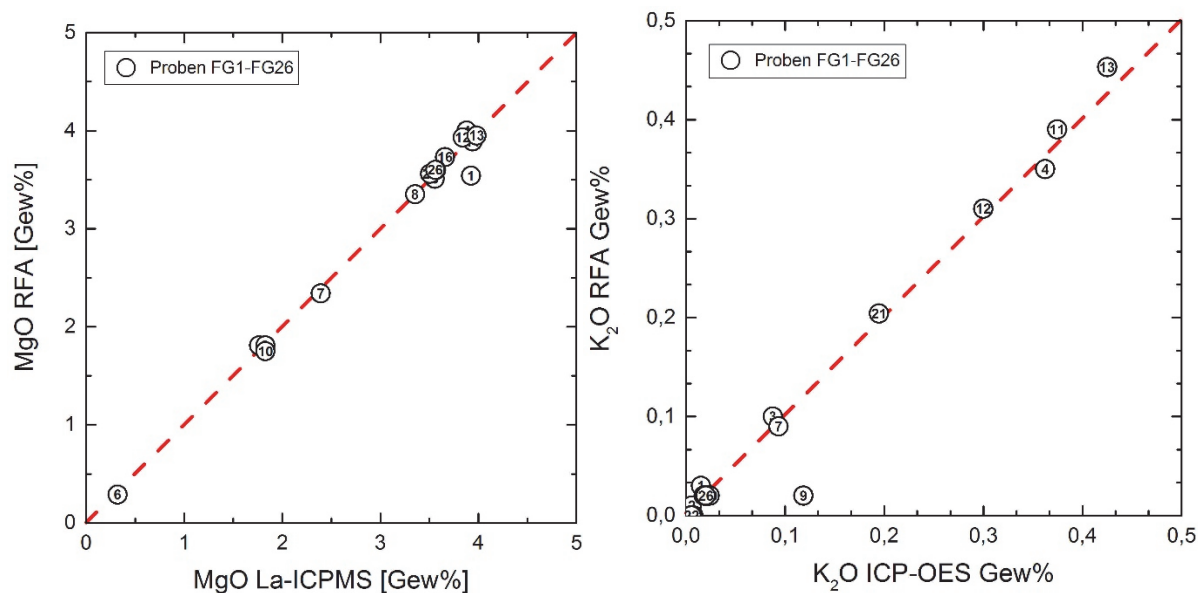


Abbildung 26: Vergleich der Messdaten aus RFA und La-ICPMS für MgO (links) und K₂O (rechts). Die Messwerte beider Methoden sind sehr konsistent.

Das Verhältnis von CaO zu MgO beeinflusst die Struktur des Glases, da die Ausbildung von MgO₄-Tetraedern nur dann möglich ist, wenn durch eine entsprechende Menge an Alkaliionen ein Wertigkeitsausgleich stattfinden kann. Dieser Effekt tritt bei einem Verhältnis

$x_{\text{CaO}}/x_{\text{MgO}} > 1,33$ auf, dann fungiert MgO als Netzwerkbildner. Grundsätzlich lag dieser Wert bei den meisten Probengläsern zwischen 2,0 und 2,65. Vier Gläser zeigten einen erhöhten Wert, dazu gehören FG3 ($x_{\text{CaO}}/x_{\text{MgO}} = 5,83$), FG7 ($x_{\text{CaO}}/x_{\text{MgO}} = 4,20$), FG9 ($x_{\text{CaO}}/x_{\text{MgO}} = 5,62$) und FG10 ($x_{\text{CaO}}/x_{\text{MgO}} = 5,23$). Einen sehr hohen Wert wies als einzige die Probe FG6 mit 33,94 auf. Der Gehalt der Proben an CaO und MgO ist in Abbildung 27 grafisch dargestellt.

Ein wichtiger Aspekt bei der Bestimmung der Glaseigenschaften ist das Verhältnis von Siliziumoxid zu Aluminiumoxid in der Probenzusammensetzung. Al_2O_3 kann SiO_2 teilweise ersetzen und reduziert so die Anzahl der Nichtbrückensauerstoffe, was eine Stabilisierung der Struktur zur Folge hat. Abbildung 28 zeigt, dass Probe FG8 mit 1,97 Gew% mit Abstand den höchsten Anteil an Al_2O_3 aufweist. Den geringsten Anteil findet man mit 0,32 Gew% bei FG7. Deutlich wird auch, dass FG1 den höchsten (71,66 Gew%) und FG26 den niedrigsten (74,49 Gew%) Gehalt an SiO_2 zeigt.

Darüber hinaus ist das Verhältnis von Al_2O_3 zur Menge der Alkaliionen (R_2O) für die Glasbeständigkeit entscheidend. Ist dieses molare Verhältnis < 1 , kann es zu keinem Wertigkeitsausgleich kommen, da zu wenig Alkaliionen zur Verfügung stehen. Dies spielt bei handelsüblichem Kalknatron-Silicatglas jedoch meist keine Rolle, da der Gehalt von Na_2O in der Regel zwischen 10 und 15 Gew% anzusetzen ist und der Gehalt an Al_2O_3 mit 0 bis 2 Gew% deutlich darunterliegt, sodass üblicherweise ein Verhältnis deutlich > 1 erreicht wird.

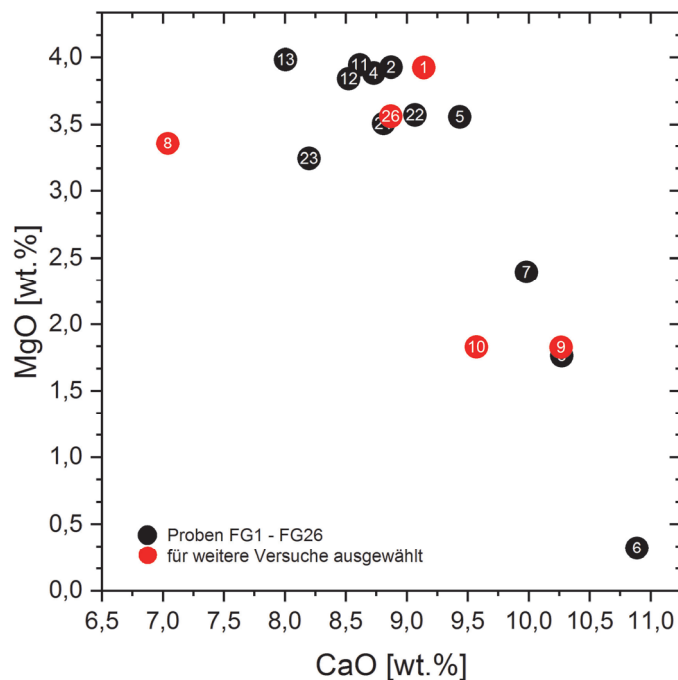


Abbildung 27: Verhältnis der MgO und CaO Gehalte der Ausgangsgläser. Die Proben FG1, FG8, FG9, FG10 und FG26 wurden farblich herausgestellt, da sie im Weiteren näher untersucht wurden.

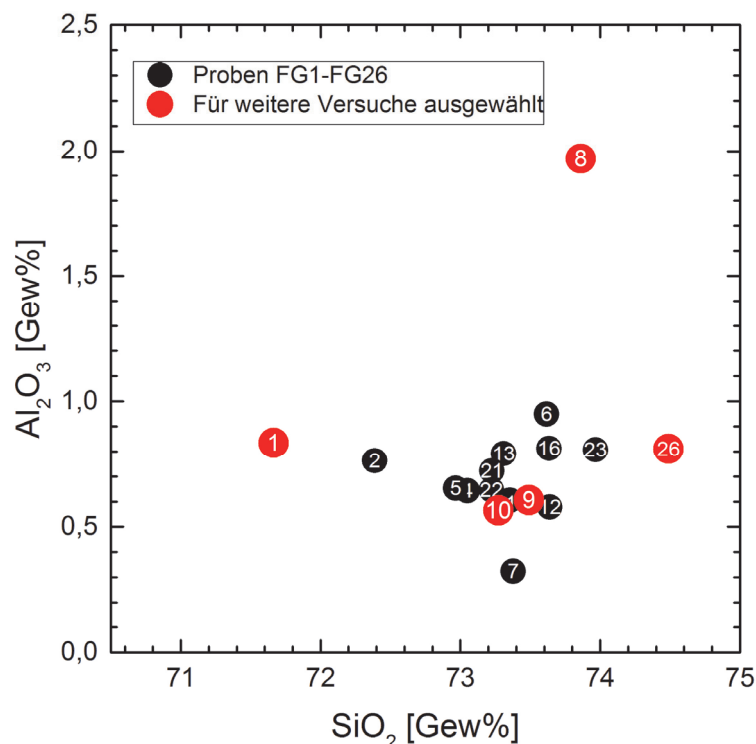


Abbildung 28: Verhältnis der Al_2O_3 und SiO_2 Gehalte der Ausgangsgläser. Die Proben FG1, FG8, FG9, FG10 und FG26 wurden farblich herausgestellt, da sie im Weiteren näher untersucht wurden.

Ebenso entscheidend für die Beständigkeit des Glases ist dessen Gesamtzusammensetzung an Alkalien, die für den Anteil an Nichtbrückensauerstoffen im Glas verantwortlich sind (vergl. Absatz 3.1.3). Diese Verhältnismäßigkeit drückt sich im Wert NBO/T aus, also den Nichtbrückensauerstoffen pro Tetraeder. In der Literatur unterschiedlich gehandhabt wird die Frage, ob Aluminiumoxid als Zwischenoxid oder als Netzwerkbildner in der Berechnungsformel Beachtung findet. Abbildung 29 zeigt aus diesem Grund beide möglichen Berechnungen im Vergleich zueinander, im Verlauf der Arbeit wird Al_2O_3 jedoch als Netzwerkbildner in den Berechnungen angenommen, da durch das Verhältnis $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 > 1$ stets genug Alkali zur Verfügung steht, um Al in der Tetraederposition zu stabilisieren. Es wird deutlich, dass FG8 mit $\text{NBO}/\text{T} = 0,64$ den deutlich geringsten Wert und FG1 den mit Abstand höchsten Wert mit $\text{NBO}/\text{T} = 0,76$ aufweist. Einen eher geringen Wert hat auch FG26 mit $\text{NBO}/\text{T} = 0,65$, einen weiteren tendenziell hohen Wert finden wir bei FG2 mit $\text{NBO}/\text{T} = 0,74$. Betrachtet man diese vier Proben in Abbildung 30, dem ternären Diagramm der Hauptoxide, so wird deutlich, dass sie sich verhältnismäßig im Gehalt an CaO und Na_2O unterscheiden, kaum jedoch in ihrem Gehalt an MgO .

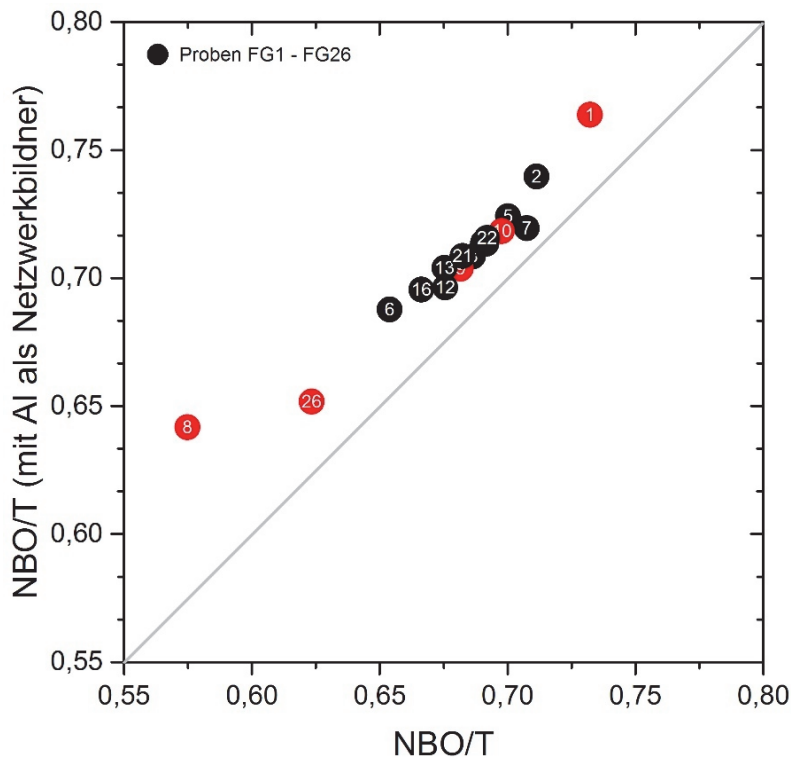


Abbildung 29: Nichtbrückensauerstoffe pro Tetraeder (NBO/T) der Ausgangsproben FG1-FG26. FG8 und FG26 zeigen die niedrigsten Werte, während FG2 und FG1 die höchsten Werte aufweisen.

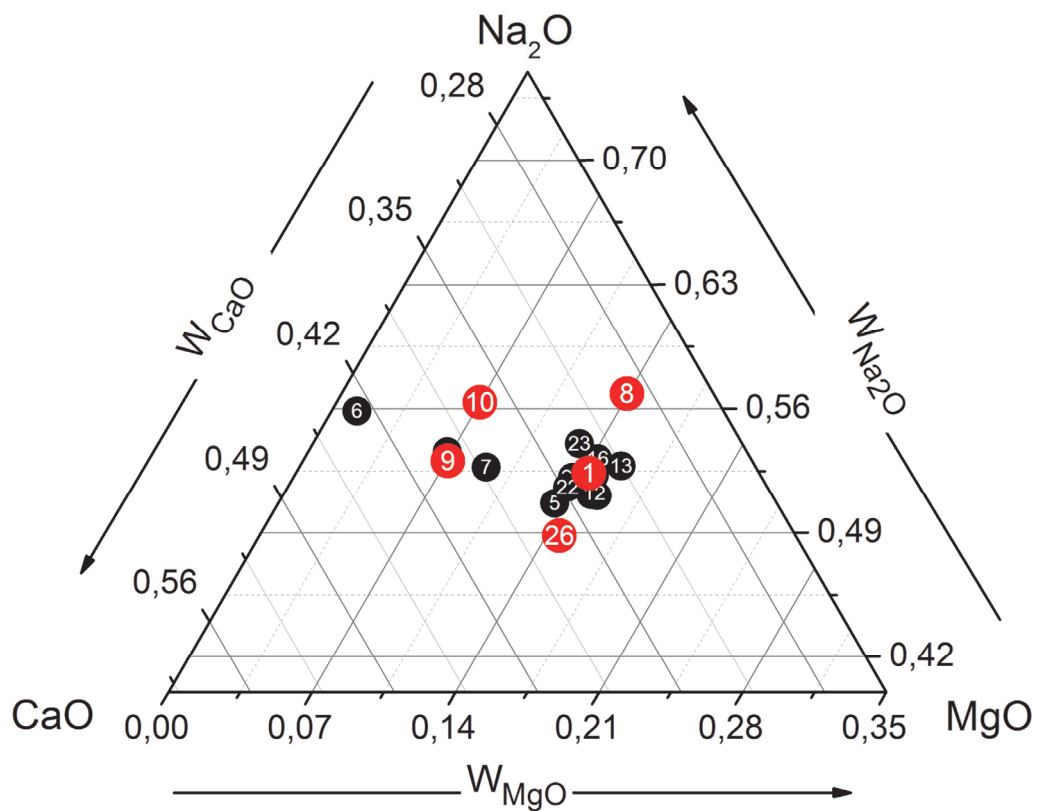


Abbildung 30: Ternäres Diagramm zur Oxidzusammensetzung der Proben. Die Werte sind anteilig angegeben und summieren sich auf den normierten Wert 1.

4.1.2 Eisengehalt der Gläser

Es zeigte sich, dass einige Gläser nicht der Definition „eisenarm“ entsprechen und deutlich mehr als 100 ppm Eisen enthalten. Hierzu zählen FG4 (530 ppm), FG12 (510 ppm), FG13 (323 ppm) und FG21 (423 ppm). Trotzdem liegt der Eisengehalt noch unter dem eines Standard-Glases mit > 1000 ppm Eisen. Diese und weitere Ergebnisse der Farbmessung sind in Tabelle 5 zusammengefasst.

Das Ergebnis der Farbmessung zeigt, dass bei einer Handmessung zwar eine größere Varianz innerhalb der Messungen auftritt als bei der stationären Messung (vergl. Abbildung 32). Die Gründe hierfür liegen in der in sich geschlossenen Messapparatur des UV/Vis-Gerätes, die Lichteinfall bzw. Lichtaustritt komplett ausschließt, sowie in der festen Fixierung der Probe und der Messung gegen einen Weißstandard. Allerdings ist der Zusammenhang mit der a-Achse und somit der Grünfärbung durch Fe^{2+} deutlich bei beiden Geräten erkennbar (vergl. Abbildung 31). Durch Messung verschiedener Proben mit voneinander abweichenden Eisengehalten und Erstellen solch eines Abhängigkeitsdiagramms ist es also möglich, über die Farbmessung direkt den Gesamteisengehalt, die Fe^{2+} -Konzentration und auch die Transmission des Glases abzulesen bzw. näherungsweise aus den Messwerten abzuschätzen.

Tabelle 5: Eisengehalte, Farbmesswerte und solare Transmission der Proben FG1 – FG16.

Probe					Colorlite sph850			UV/Vis Lambda 950		
	$\text{Fe}_{\text{gesamt}}$ [ppm]	$c \text{ Fe}^{2+}$ [mol/l]	$c \text{ Fe}^{3+}$ [mol/l]	solare Transmission [%]	L^*	a^*	b^*	L^*	a^*	b^*
FG1	120	0,00088	0,00221	89,30	89,97	-0,18	0,28	96,25	-0,16	0,06
FG2	76	0,00048	0,00000	90,90	89,58	-0,01	0,16	96,20	-0,09	0,05
FG3	70	0,00058	0,00185	89,60	90,18	-0,04	0,33	96,18	-0,11	0,15
FG4	530	0,00228	0,00426	87,00	91,52	-0,87	0,82	95,87	-0,51	0,17
FG5	73	0,00058	0,00244	90,80	90,08	-0,01	0,20	96,21	-0,10	0,07
FG6	71	0,00060	0,00422	90,50	90,82	-0,12	0,59	96,12	-0,12	0,21
FG7	82	0,00071	0,00572	90,30	90,02	-0,06	0,39	96,03	-0,12	0,16
FG8	102	0,00111	0,00497	89,30	89,85	-0,21	0,51	95,78	-0,19	0,19
FG9	57	0,00080	0,00314	89,70	90,22	-0,12	0,32	96,18	-0,14	0,07
FG10	59	0,00061	0,00438	90,60	89,65	-0,14	0,68	96,13	-0,12	0,30
FG11	90	0,00051	0,00297	90,80	91,96	-0,15	0,41	96,19	-0,11	0,06
FG12	510	0,00317	0,00920	86,00	88,92	-0,83	0,30	95,67	-0,61	0,12
FG13	323	0,00350	0,01495	86,70	84,24	-0,57	0,40	95,82	-0,57	0,12
FG16	49	0,00054	0,00269	90,80	89,79	-0,09	0,35	96,22	-0,07	0,13

Ein direkter Zusammenhang zwischen der Fe^{3+} -Konzentration und der Farbmessung konnte nicht festgestellt werden, weder mit der a^* -Achse noch mit der b^* -Achse, die den Farbbereich blau-gelb repräsentiert. Fe^{2+} verursacht in reduzierender Atmosphäre während des Floatvorgangs eine Grünfärbung des Glases, die ins bläuliche tendieren kann. Wird das Glas oxidierend geschmolzen, kann die Grünfärbung bei hohem Gehalt an Fe^{3+} ins gelbliche gehen. Es zeigte sich, dass Fe^{3+} , besonders bei geringem Gehalt, keinen deutlich messbaren Einfluss auf die Transmission des Glases hat.

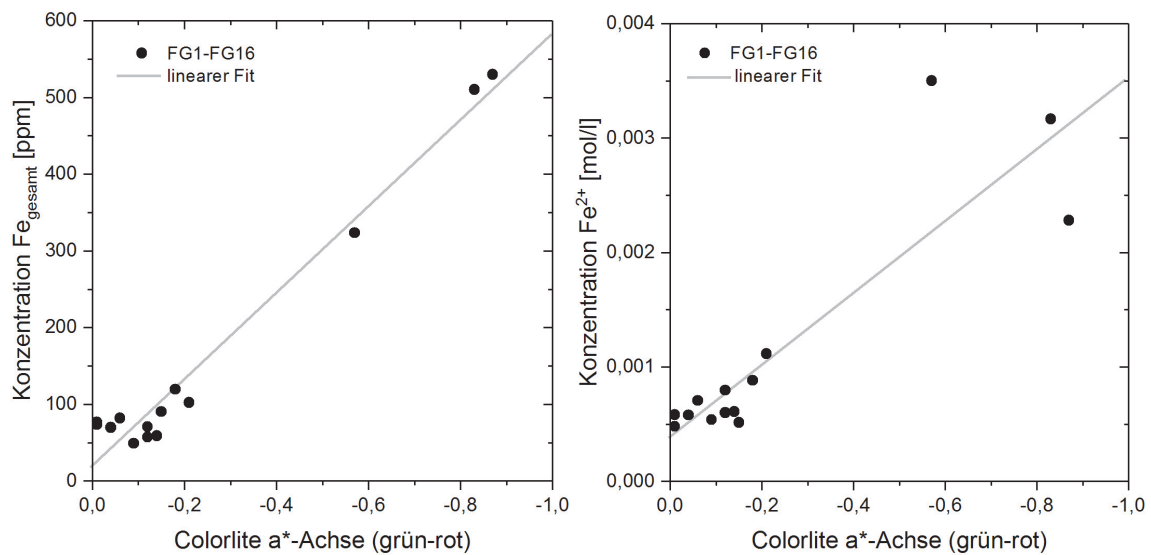


Abbildung 31: Lineare Abhängigkeit der Farbmessung am Colorlite Handmessgerät bzw. der a^* -Achse (grün-rot) mit dem Eisen-Gesamtgehalt (links) sowie der Fe^{2+} -Konzentration (rechts).

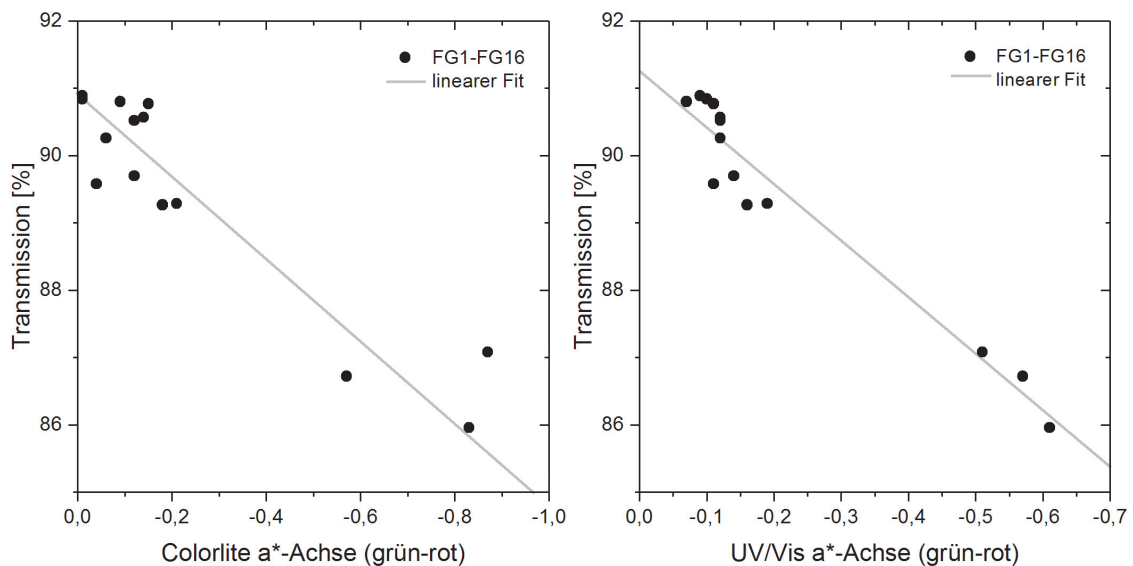


Abbildung 32: Die a^* -Achsenwerte der Farbmessungen zeigen einen deutlichen Zusammenhang mit der Transmission der Gläser. Die Messung mit dem Colorlite Handgerät (links) ist auf Grund eines erhöhten Messfehlers etwas ungenauer als die des stationären Gerätes Lambda (rechts).

4.1.3 Materialkonstanten und mechanische Eigenschaften

4.1.3.1 Materialkonstanten

Die Materialkonstanten der Gläser wurden per Ultraschallmessung bestimmt (vergl. Absatz 3.1.2). Eine Tabelle mit den Laufzeiten der Longitudinal- sowie Transversalwellen befindet sich im Anhang A.

Die niedrigste Poissonzahl wiesen die Proben FG3 ($\mu = 0,201$) und FG4 ($\mu = 0,201$) auf. Den höchsten Wert findet man bei FG7 mit $\mu = 0,237$. Den niedrigsten Kompressionsmodul hat wiederum Probe FG3 mit $K = 39,41$ GPa, dahingegen zeigt FG4 hier den höchsten Wert mit $K = 46,43$ GPa. Während die Proben FG3, FG6, FG9, FG10, FG11 und FG15 einen E-Modul zwischen 70,30 und 70,70 GPa zeigen und somit nahe beieinanderliegen, weist FG22 einen deutlich höheren Wert von 74,68 GPa auf. Auch der Schubmodul zeigt bei FG22 den höchsten Wert mit 30,34 GPa, während die weiteren Proben im Bereich von 28,9 bis 29,8 GPa liegen.

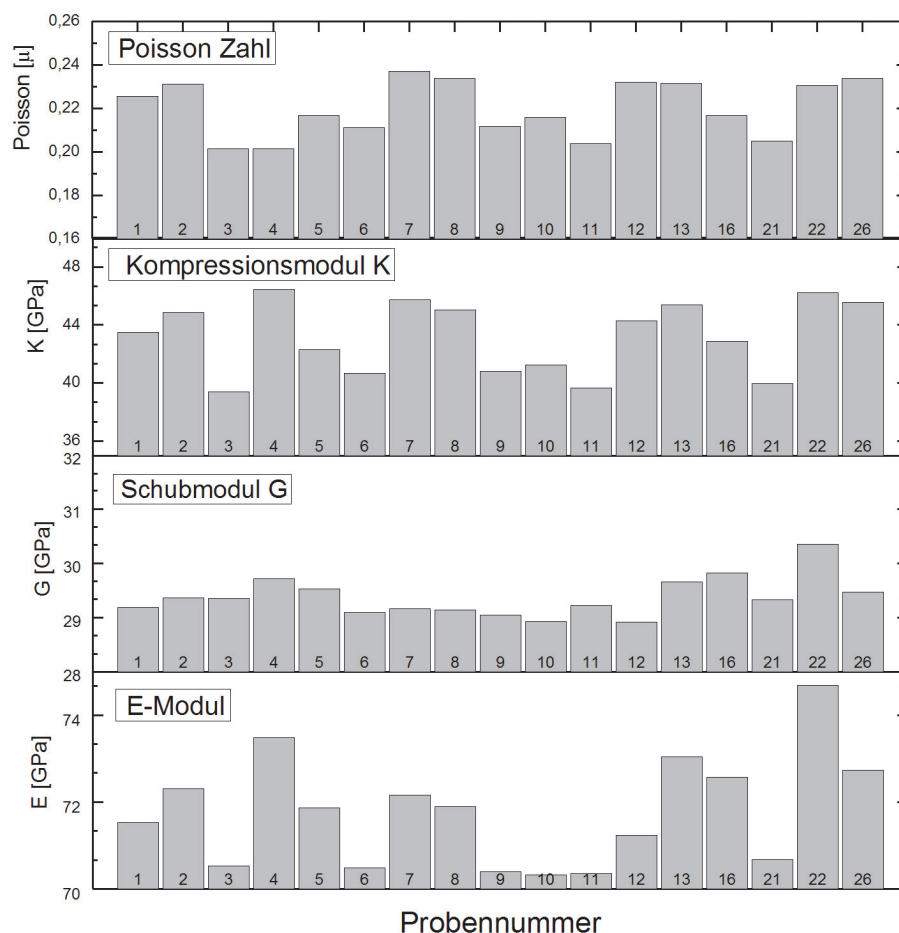


Abbildung 33: Vergleich der mechanischen Eigenschaften aller Gläser. Dargestellt sind Moduln und Poissonzahl der Gläser FG1 – FG26.

Als weitere Eigenschaften wurde die Dichte der Gläser, die Packungsdichte sowie das molare Volumen, wie unter Absatz 3.1.3 beschrieben, ermittelt. Es zeigte sich, dass das molare Volumen der Probe FG26 mit einem Wert von $13,54 \text{ cm}^3 \text{ mol}^{-1}$ deutlich niedriger ist, als bei den anderen Proben. Die Dichte sowie das molare Volumen dieser Probe zeigen jedoch keine auffälligen Werte. Das höchste molare Volumen weist FG1 mit $13,99 \text{ cm}^3 \text{ mol}^{-1}$ auf.

In Bezug auf die Dichte zeigt die Probe FG8 mit $2,483 \text{ kg m}^{-3}$ einen besonders niedrigen Wert. Diese Probe weist ebenso bei der Packungsdichte einen der niedrigsten Werte mit 49,35 % auf. Eine ebenfalls sehr geringe Dichte zeigt die Probe FG12 mit $2,492 \text{ kg m}^{-3}$, die auch mit der Packungsdichte von 49,42 % im unteren Bereich liegt. Die höchste Dichte hat FG3 mit $2,507 \text{ kg m}^{-3}$, die höchste Packungsdichte weist FG1 mit 49,85 % auf. Grundsätzlich ist zu sagen, dass die Packungsdichte der Gläser kaum variiert und alle Werte sehr eng beieinanderliegen.

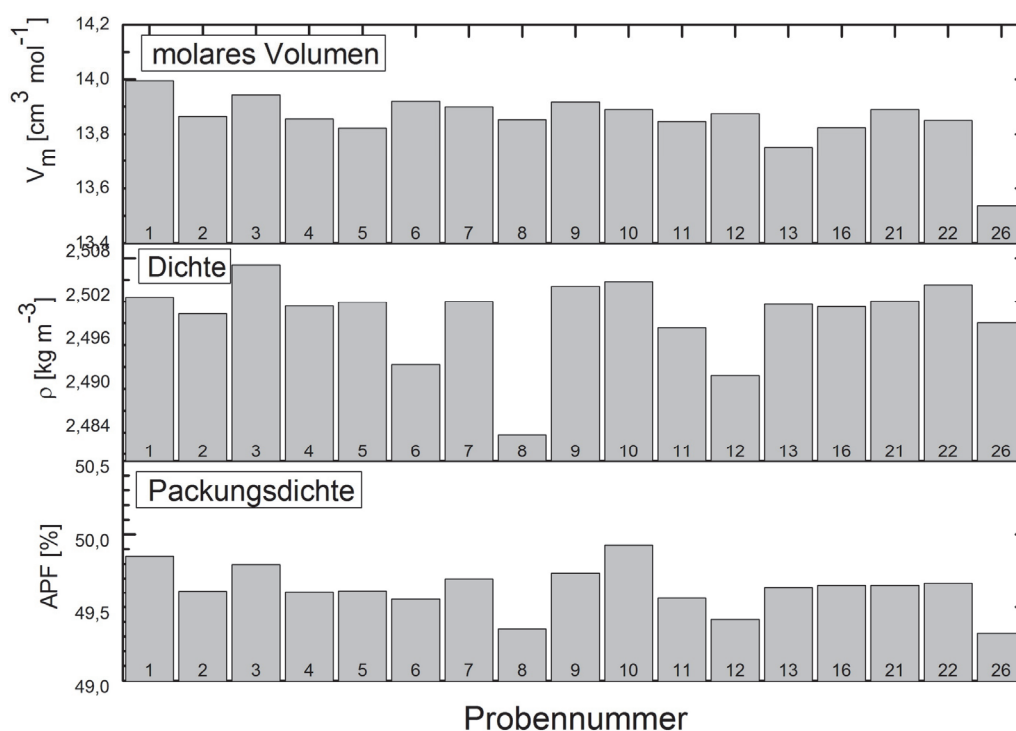


Abbildung 34: Vergleich der volumetrischen Eigenschaften aller Gläser. Dargestellt sind molares Volumen, Dichte und Packungsdichte der Gläser FG1 – FG26.

4.1.3.2 Härte, Sprödheit, Bruchzähigkeit und Risswiderstand

Wie zu erwarten war, wies auch bei den meisten Proben in dieser Arbeit die Badseite eines Glases eine höhere Härte auf als die Luftseite der entsprechenden Probe. Einzige Ausnahmen stellen hier lediglich die Proben FG11 und FG16 dar. Insgesamt bewegt sich der Hauptteil der Messungen im Bereich von $H_V = 6,4$ bis $6,8$ GPa. Die geringste Härte hat Probe FG12 mit $H_V = 6,095$ GPa (Luftseite) bzw. $H_V = 6,199$ GPa (Badseite), den höchsten Wert findet man bei FG21 mit $H_V = 7,185$ GPa (Luftseite) bzw. $H_V = 7,343$ GPa (Badseite) (vergl. Abbildung 35).

Auch in Bezug auf die Sprödheit zeigte sich, dass die Badseiten höhere Werte aufweisen als die Luftseiten, einzige Ausnahme bildet hier FG13, wobei die Werte sehr nah bei einander liegen und somit als nahezu identisch angesehen werden können. Insgesamt haben die Gläser eine Sprödheit, die sich größtenteils im Bereich $B = 10 \mu\text{m}^{-1/2}$ bis $14 \mu\text{m}^{-1/2}$ bewegen. Ausnahmen bilden hier wiederum die Gläser FG12 mit $B = 7,446 \mu\text{m}^{-1/2}$ (Luftseite) bzw. $B = 9,248 \mu\text{m}^{-1/2}$ (Badseite) sowie FG21 mit $B = 14,492 \mu\text{m}^{-1/2}$ (Luftseite) bzw. $B = 16,549 \mu\text{m}^{-1/2}$ (Badseite). Bei den Luftseiten von FG6 sowie FG10 kam es im Messbereich bis 1500 mN zu keiner Rissbildung, der Wert für B liegt somit bei 0 bzw. war nicht bestimmbar (vergl. Abbildung 35).

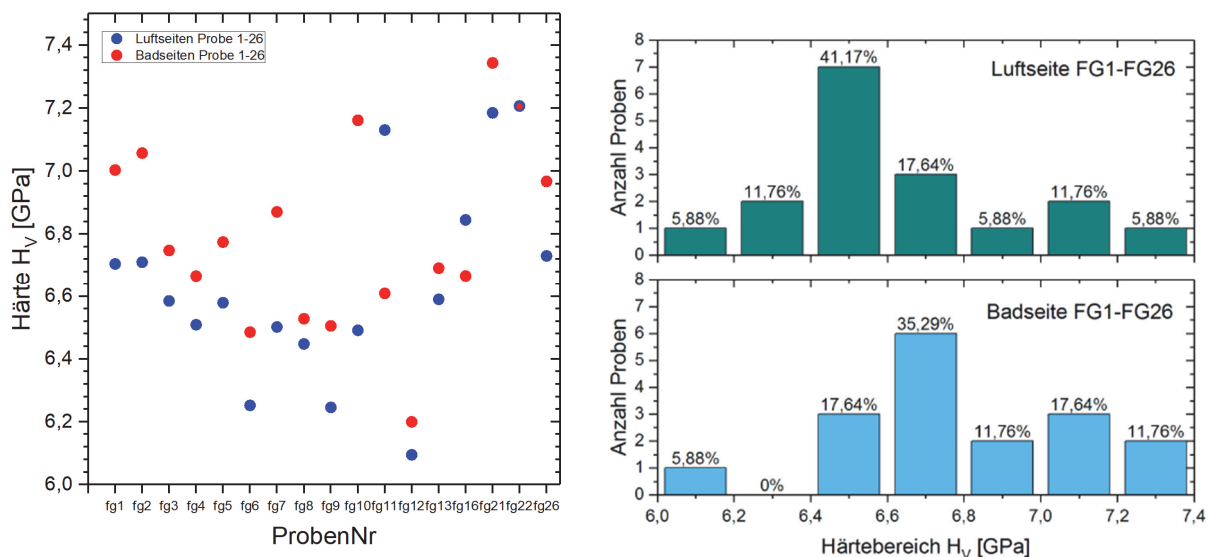


Abbildung 35: Härte (H_V) der Ausgangsproben FG1 – FG26 (einzelne Messwerte links, Verteilungsdiagramm rechts). Es zeigt sich, dass die Luftseiten der Proben mehrheitlich im Bereich von $H_V = 6,4$ bis $6,6$ GPa liegen (41,17 % der Proben), während die Mehrheit der Badseiten im Bereich $H_V = 6,6$ bis $6,8$ GPa liegt (35,29 % der Proben) und diese somit eine tendenziell höhere Härte aufweisen.

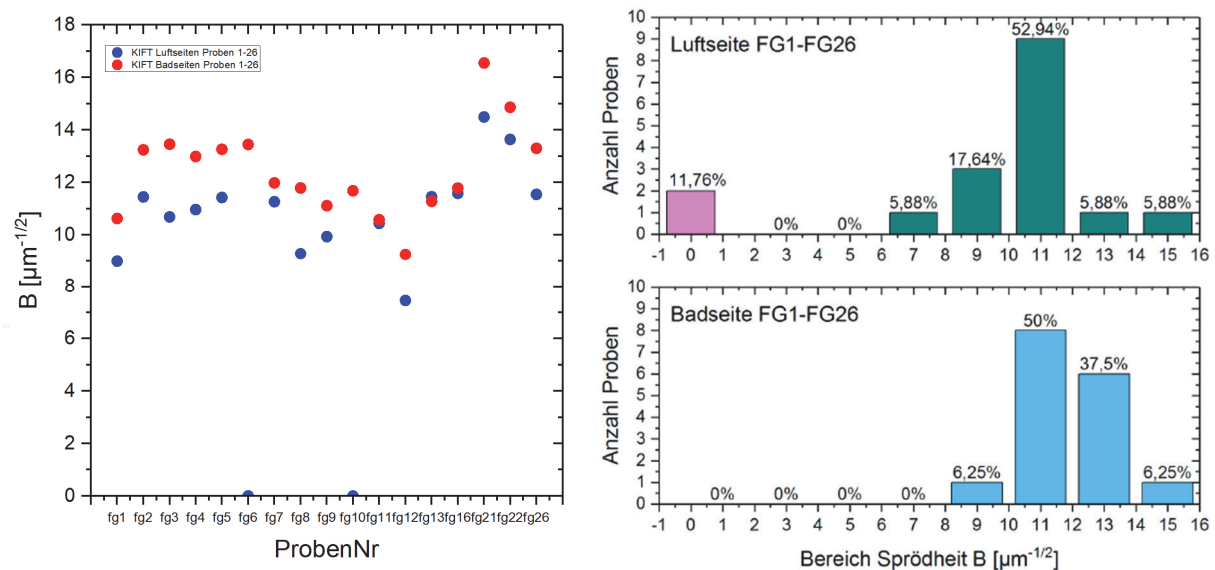


Abbildung 36: Sprödheit (B) der Ausgangsproben FG1 – FG26 (einzelne Messwerte links, Verteilungsdiagramm rechts). Während auf der Luftseite 11,76 % der Proben gar keine Rissbildung zeigten ($B = 0 \mu\text{m}^{-1/2}$), ist dies auf der Badseite nicht der Fall. Die Sprödheit ist auf der Badseite insgesamt leicht erhöht.

Die Bruchzähigkeit der Proben liegt zum überwiegenden Teil im Bereich $K_{IFT} = 0,5$ bis $0,7 \text{ MPa m}^{-1/2}$, die Bruchzähigkeit der Luftseite liegt hierbei jeweils höher als der entsprechenden Badseite. Höhere Werte liefern die Luftseiten von FG1 mit $K_{IFT} = 0,732 \text{ MPa m}^{-1/2}$ sowie FG12 mit $K_{IFT} = 0,818 \text{ MPa m}^{-1/2}$. Die niedrigste Bruchzähigkeit hat die Badseite von FG21 mit $K_{IFT} = 0,448 \text{ MPa m}^{-1/2}$. Die Bruchzähigkeit der Luftseiten von FG6 und FG10 konnte mit der angewendeten Messmethode bzw. einer Kraftaufbringung $< 1500 \text{ mN}$ nicht bestimmt werden (vergl. Abbildung 37). Für die Berechnung der Bruchzähigkeit wird die Risslänge herangezogen, welche nur bei Radialrissen exakt bestimmt werden kann (vergl. Absatz 3.1.1.1). Anders ist dies beim Risswiderstand bzw. der Crack Resistance (CR), bei der es auf die Gesamtzahl der Risse ankommt. Der so berechnete Risswiderstand ist in Abbildung 37 dargestellt und liegt im Bereich von $CR = 400$ bis 1200 mN . Die Luftseiten der Proben weisen hierbei durchgehend eine höhere CR als die Badseiten auf. Die Proben FG1 und FG12 haben eine $CR > 1500 \text{ mN}$ und sind somit nicht messbar gewesen. Dies gilt ebenso für die Luftseiten von FG6 und FG10.

Abbildung 39 zeigt die Unterschiede des Risswiderstands nach 18 Monaten Lagerzeit unter normalen Klimabedingungen und Raumtemperatur ($21 \text{ °C} \pm 4 \text{ °C}$ und $40 \% \text{rF} \pm 5 \%$). Bei allen Proben erhöht sich die CR auf der Luftseite sehr deutlich, bei einer steigenden Anzahl Gläser kommt es im Bereich bis 1500 mN Kraftaufbringung zu gar keiner Rissbildung mehr. Auf der Badseite ist der Effekt deutlich geringer ausgeprägt, FG3, FG7 und FG21 zeigen sogar eine Reduzierung der CR um bis zu 250 mN .

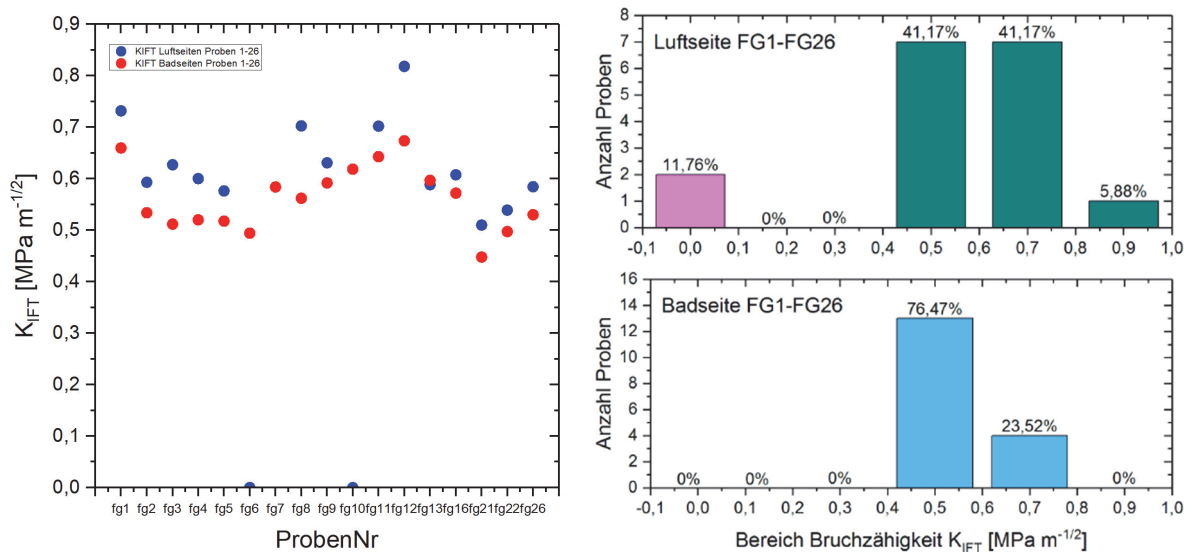


Abbildung 37: Bruchzähigkeit (K_{IFT}) der Ausgangsproben FG1 – FG26 (einzelne Messwerte links, Verteilungsdiagramm rechts). Der überwiegende Teil der Proben liegt im Bereich $K_{IFT} = 0,5$ bis $0,7 \text{ MPa m}^{-1/2}$, wobei die Bruchzähigkeit der Badseiten tendenziell etwas niedriger liegt als die Bruchzähigkeit der Luftseiten. Zwei Proben zeigten auf der Luftseite gar keine Rissbildung (FG6 und FG10).

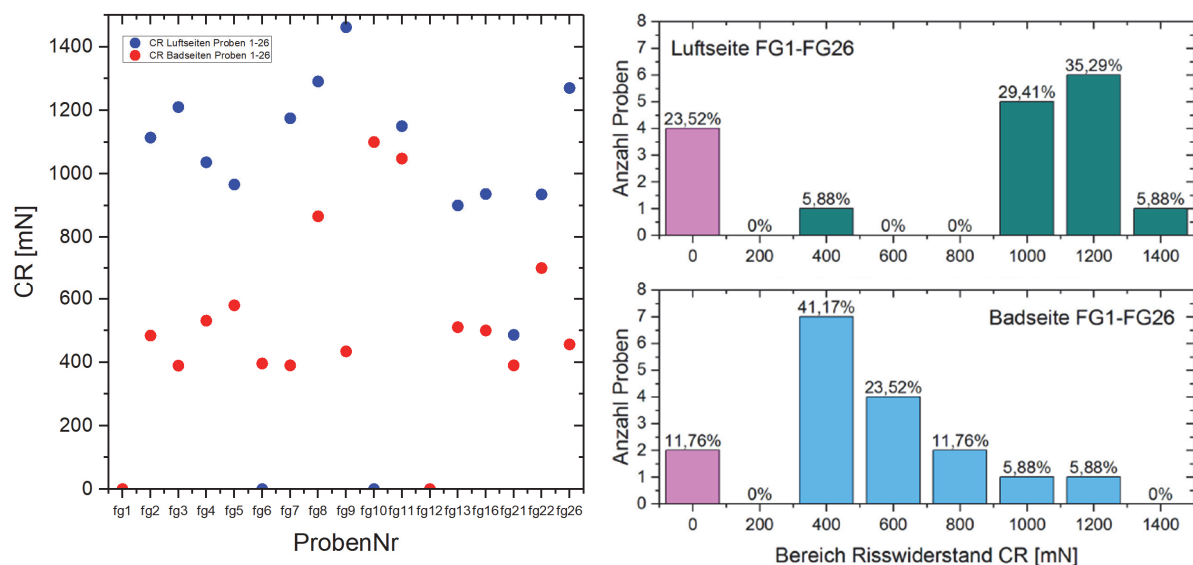


Abbildung 38: Beim Risswiderstand (CR) zeigen sich deutliche Unterschiede zwischen Luft- und Badseiten der Proben FG1 – FG26. Während bei den Badseiten CR am Häufigsten im Bereich von 300 bis 700 mN zu finden ist, liegt der Wert der Luftseiten im Bereich von 900 bis 1300 mN und somit deutlich höher.

In Abbildung 40 ist die Anzahl der entstandenen Risse durch Nanoindenterversuche aufgezeigt. Die Anzahl bezieht sich jeweils auf 65 Eindrücke pro Probe (13 verschiedene Kräfte zu jeweils 5 Eindrücken). Zunächst wird deutlich, dass auf den Luftseiten der Proben

im Mittel deutlich weniger Risse entstehen ($\sim 30 - 90$ Risse) als auf den Badseiten ($\sim 50 - 140$ Risse). Auf der Badseite liegt die Anzahl an Radialrissen stets deutlich höher als die der sekundären Radialrisse, einzige Ausnahme ist hier Probe FG8, bei der die Anzahl ungefähr gleichauf liegt. Ganz anders ist das Bild auf der Luftseite, hier weisen sieben Proben eine höhere Anzahl an sekundären Radialrissen auf (FG1, FG3, FG4, FG5, FG7, FG8 und FG9), acht Proben haben hingegen mehr Radialrisse als sekundäre Radialrisse (FG2, FG11, FG12, FG13, FG16, FG21, FG22, FG26), zwei Proben lassen gar keine Risse entstehen (FG6 und FG10). Dies zeigt, dass auf den Luftseiten bei nahezu der Hälfte aller Proben nicht nur die Rissanzahl gegenüber den Badseiten reduziert ist, sondern dass auch die Art der Rissbildung sich deutlich unterscheidet. Es ist davon auszugehen, dass die Bildung der Sekundärradialrisse mit dem Korrosionsfortschritt bzw. der Oberflächenbeschaffenheit im nm-Bereich korreliert.

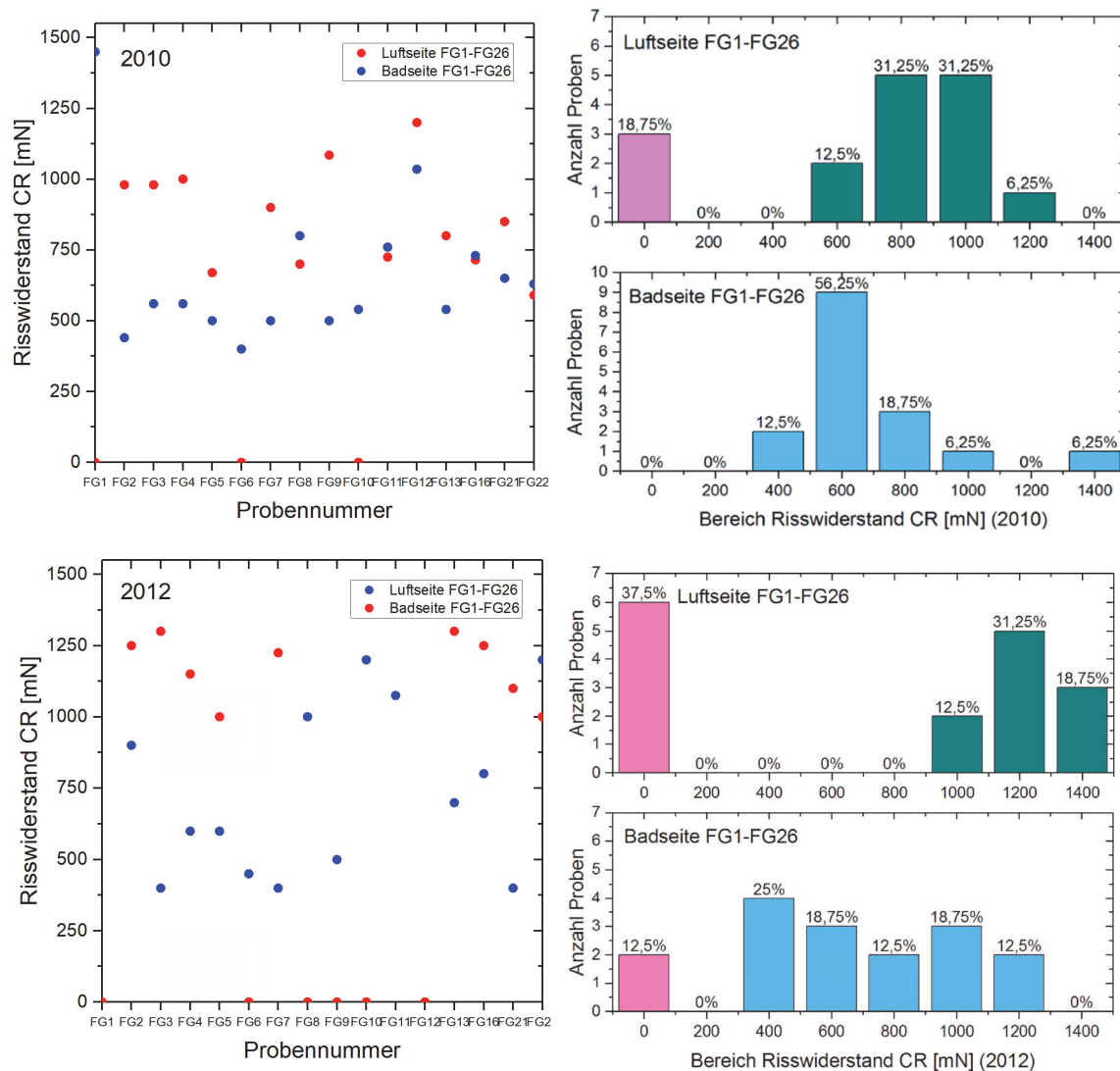


Abbildung 39: Vergleich zweier Messungen mit $\Delta t = 18$ Monate. Bestimmung des Risswiderstands im Jahr 2010 (oben) und im Jahr 2012 (unten) anhand von Radialrissen (300 – 1500 mN), Lagerung der Proben bei regulären Klimabedingungen ($21\text{ °C} \pm 4\text{ °C}$ und $40\text{ \%rF} \pm 5\text{ \%}$). Es wird deutlich, dass sich die Werte der Luftseiten in höhere Bereiche verschoben haben, während der Risswiderstand der Badseiten sogar insgesamt etwas abnimmt. Die Varianz der Proben ist insgesamt nach 18 Monaten Lagerung erhöht (gelb hinterlegter Bereich).

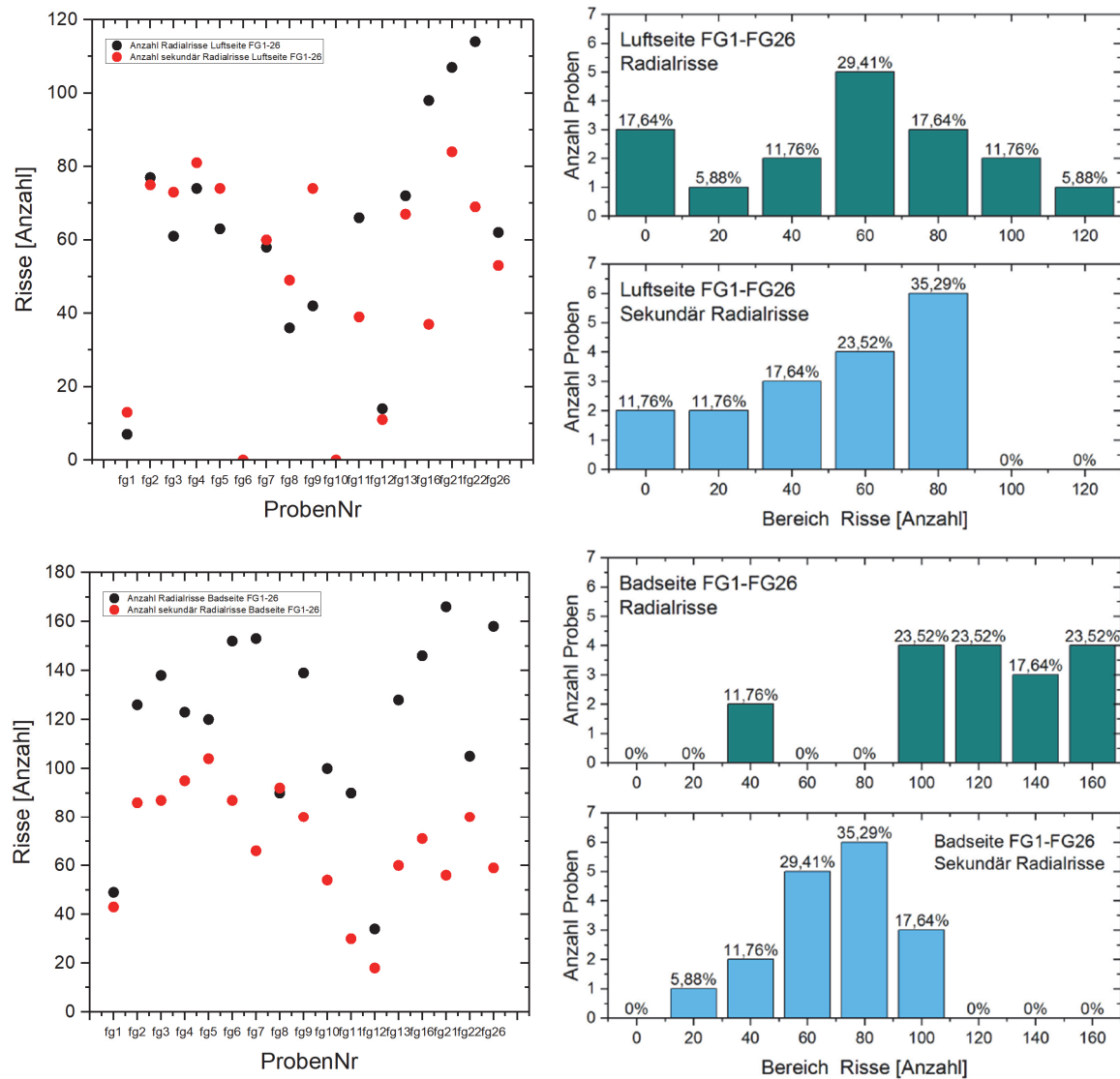


Abbildung 40: Rissanzahl durch Indentation der Ausgangsproben FG1 – FG26. Radialrisse und sekundäre Radialrisse auf der Luftseite (oben) sowie auf der Badseite (unten).

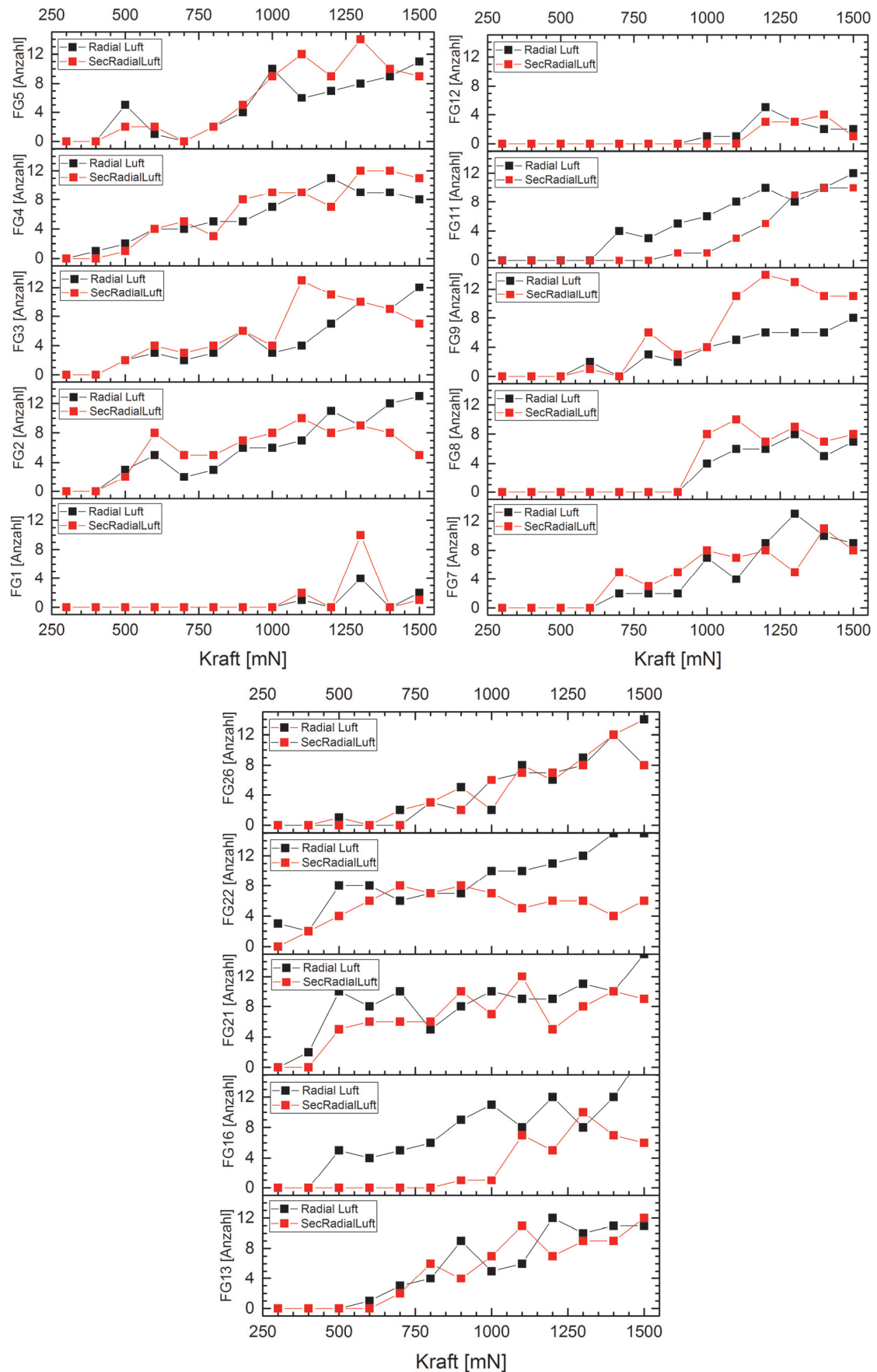


Abbildung 41: Anzahl der Radialrisse und der sekundären Radialrisse in Abhängigkeit der aufgebrachten Kraft bei Probe FG1 – FG26 auf der Luftseite (Probe FG6 und FG10 fehlen, dass sie im Bereich bis 1500 mN keine Risse zeigten).

4.1.4 Optische Eigenschaften der Floatgläser

4.1.4.1 Transmission und Reflexion

Wie bereits unter Abschnitt 4.1.2 beschrieben, verursacht besonders Eisen in seiner Oxidationsstufe Fe^{2+} Veränderungen in der Transmission der Gläser, da diese durch die reduzierenden Bedingungen bei der Glasherstellung in höheren Anteilen im Glas vorliegt als Fe^{3+} . In Abbildung 42 wird deutlich, dass besonders die Gläser FG4, FG8, FG12, FG13 und FG21 auffällige Fe^{2+} -Banden aufweisen, der ihren höheren Eisengehalt widerspiegeln. Die Fe^{3+} -Banden zwischen 350 und 400 nm fallen dagegen weitaus geringer aus. Darüber hinaus sind bei den Proben Verschiebungen der UV-Kante zwischen 300 und 400 nm zu erkennen.

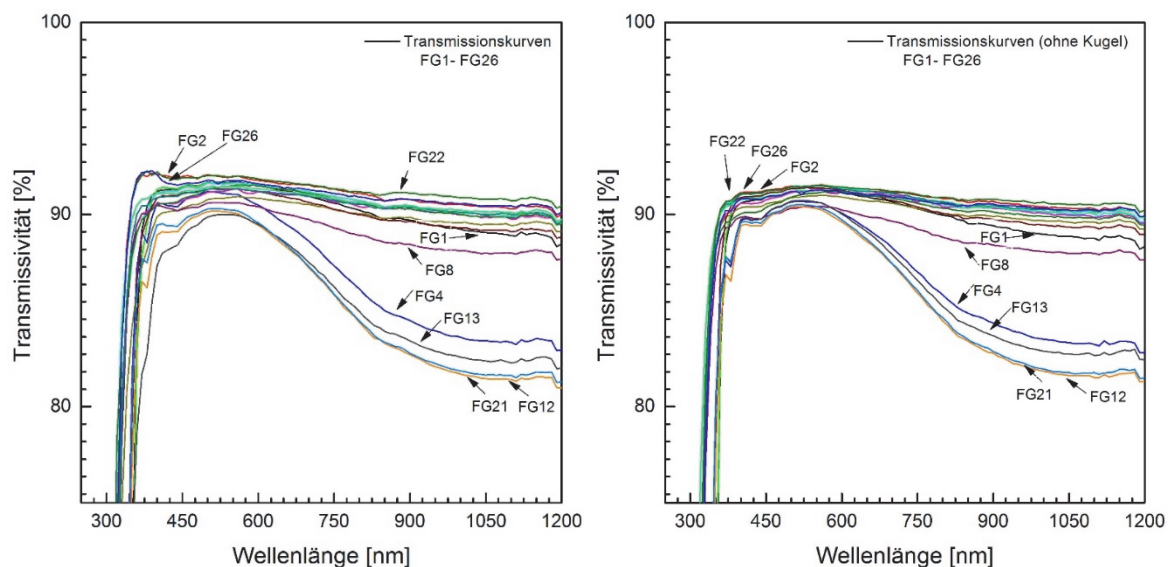


Abbildung 42: Transmissionskurven der Floatgläser FG1 – FG26. Die Eisenbande im Bereich von 1000 – 1200 nm ist bei einigen Proben deutlich zu erkennen und spiegelt deren höheren Eisengehalt und dadurch bedingt einen höheren Fe^{2+} -gehalt wieder. Eine Messung wurde mit Sphäre durchgeführt (links), eine Messung ohne Sphäre (rechts).

Das verwendete Spektrometer erlaubt die Messung mithilfe einer Sphäre, sodass auch Streulichtanteile bestimmt werden können (vergl. Absatz 3.2.2.4). Im Vergleich mit einer Messung ohne Sphäre (Abbildung 42 rechts) werden Unterschiede im Spektrogramm hauptsächlich im Bereich von 300 – 500 nm deutlich. Warum FG13 in diesem niedrigen Wellenlängenbereich eine deutlich geringere Intensität und auch eine Verschiebung der UV-Kante zu höheren Wellenlängen zeigt, bleibt allerdings unklar. Bei der überwiegenden Zahl der Proben kommt es mit Sphärenmessung zu einer Erhöhung der Transmissivität in diesem Bereich.

Abbildung 43, Abbildung 44 und Abbildung 45 zeigen die Differenz zwischen der gemessenen Transmission mit Sphäre und ohne Sphäre, der Unterschied ist jeweils als Streulichtanteil kenntlich gemacht. Den höchsten Streulichtanteil der solaren Transmission sowie im Bereich des sichtbaren Lichtes weist Probe FG21 auf, den niedrigsten Anteil finden wir bei FG2 (solare Transmission) sowie bei FG11 (im Bereich des sichtbaren Lichtes). Den höchsten Streulichtanteil im UV-Bereich hat FG3, den niedrigsten hingegen FG12.

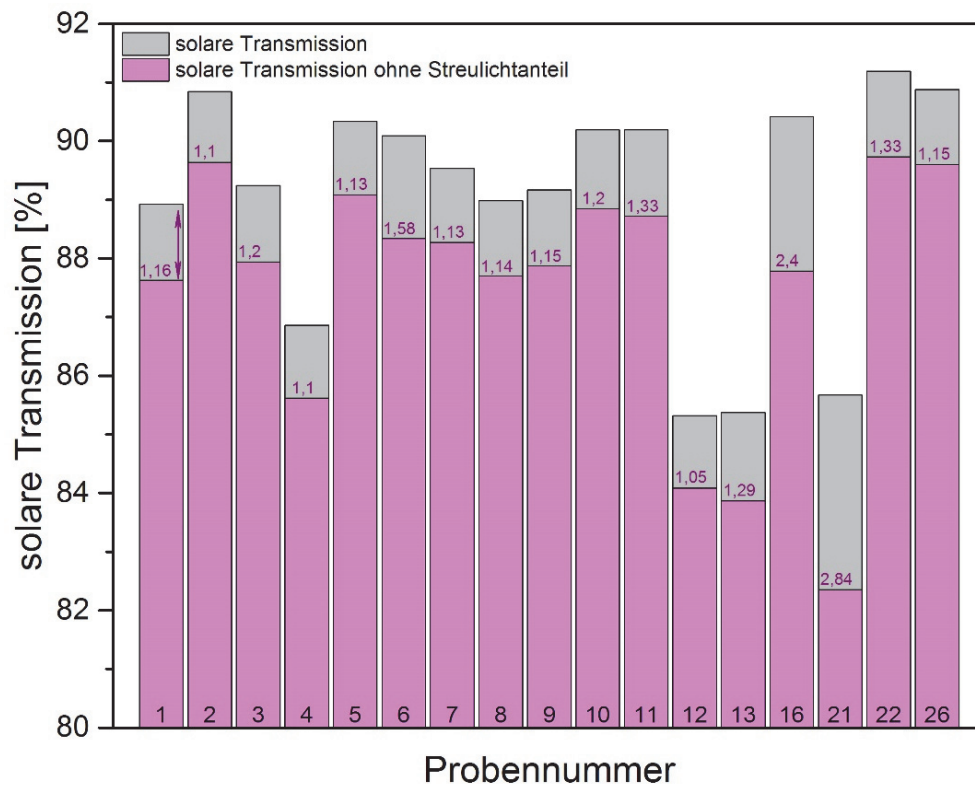


Abbildung 43: Solare Transmission der Floatgläser FG1 – FG26 mit und ohne Streulichtanteil. Den höchsten Streulichtanteil bei insgesamt nahezu geringster solaren Transmission zeigt Probe FG21.

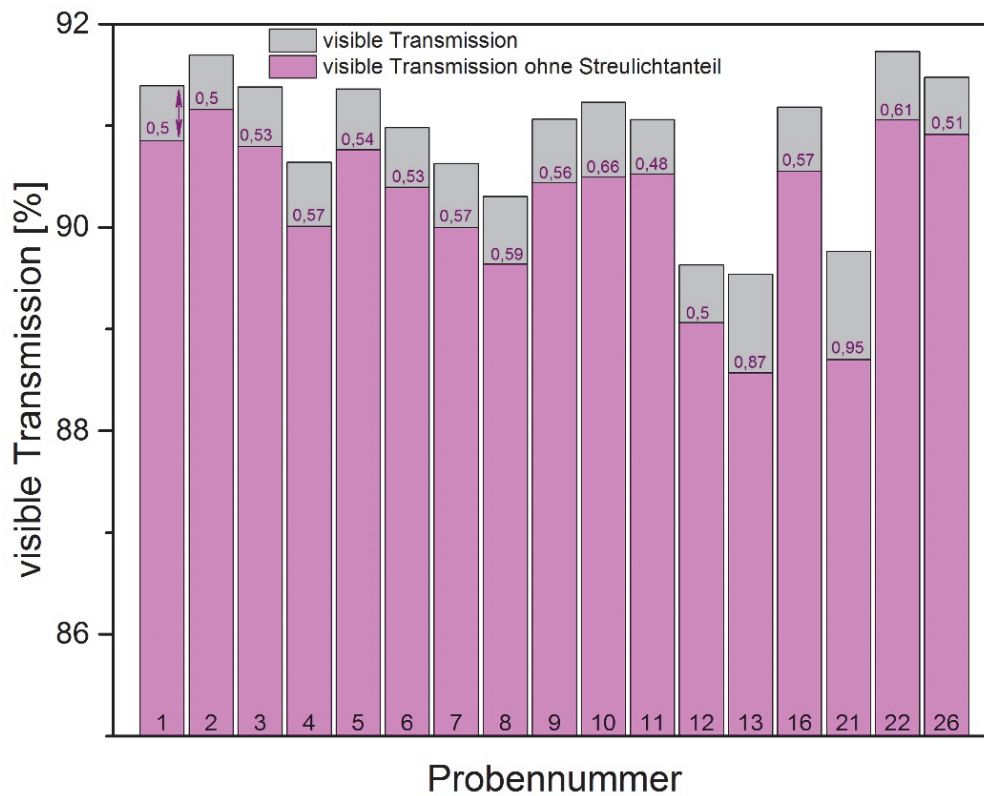


Abbildung 44: Transmission der Ausgangsgläser im sichtbaren Bereich von 380 – 780 nm. Den höchsten Streulichtanteil bei insgesamt nahezu geringster Transmission im sichtbaren Bereich zeigt Probe FG21.

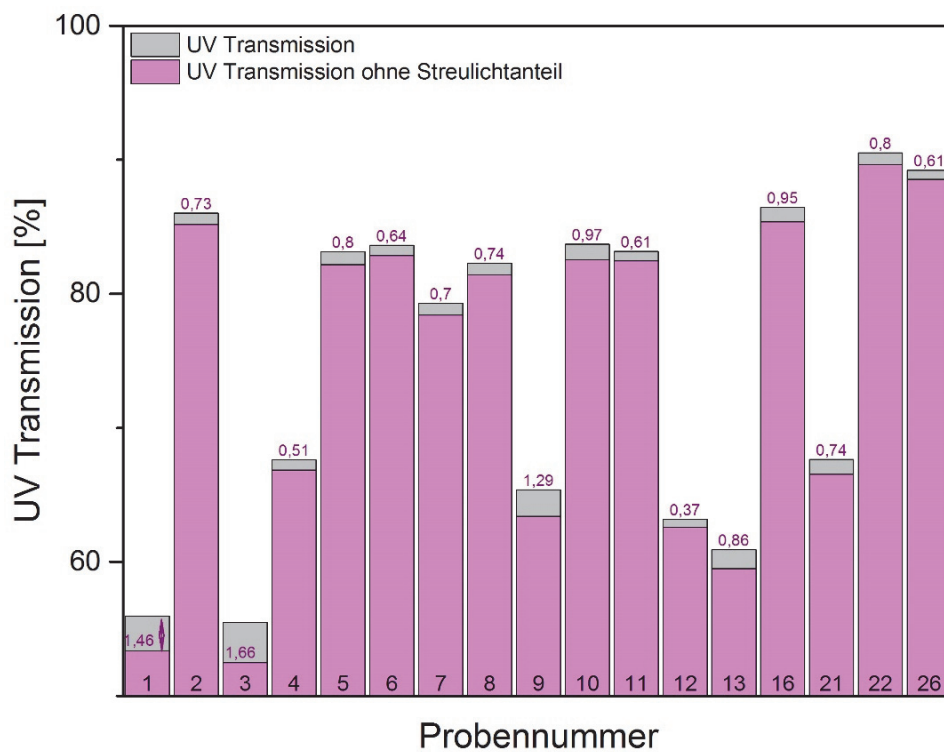


Abbildung 45: Transmission der Ausgangsgläser im ultravioletten Bereich von 280 – 380 nm. Einen hohen Streulichtanteil bei sehr geringer Transmission im UV-Bereich zeigen Probe FG1 und FG3.

Die höchste solare Transmission weisen die Proben FG2 (90,89 %), FG5 (90,84 %), FG16 (90,80 %) und FG22 (90,85 %) auf. Der komplette Datensatz befindet sich im Anhang A.8 Tabelle 17. Diese Werte stehen nicht in direktem Zusammenhang mit dem Gesamteisengehalt, sondern mit der Konzentration der zwei Fe-Oxidationsstufen. Ein kurzer Vergleich soll an FG9 und FG10 erfolgen: FG9 enthält 57,16 ppm Eisen, FG10 enthält mit 58,95 ppm nur geringfügig mehr Eisen, trotzdem weist die Probe mit 90,57 % eine um nahezu 1 % höhere solare Transmission auf (FG9: 89,70 %). FG9 enthält 0,00080 mol/l Fe^{2+} und 0,00314 mol/l Fe^{3+} , FG10 hingegen lediglich 0,00061 mol/l Fe^{2+} und 0,00438 mol/l Fe^{3+} . Es zeigt sich also, dass die höhere Fe^{3+} -Konzentration der Probe FG10 kaum Einfluss auf die Transmission hat, die geringere Fe^{2+} -Konzentration im Vergleich zu FG9 hingegen deutliche Unterschiede bezüglich der solaren Transmission verursacht und diese somit erhöht.

Neben der Transmission gibt es auch Unterschiede in den Reflexionseigenschaften der Gläser. Deutliche Peakverschiebungen werden im Bereich von 300 – 400 nm sichtbar, im höheren Wellenlängenbereich zeigen sich die Intensitätsunterschiede. Diese wiederum sind, im Gegensatz zu den Transmissionskurven, nicht vom Fe-Gehalt beeinflusst, so zeigt FG8 im Bereich von 450 – 850 nm die höchste Reflexion, während FG1 die geringste aufweist (vergl. Abbildung 46).

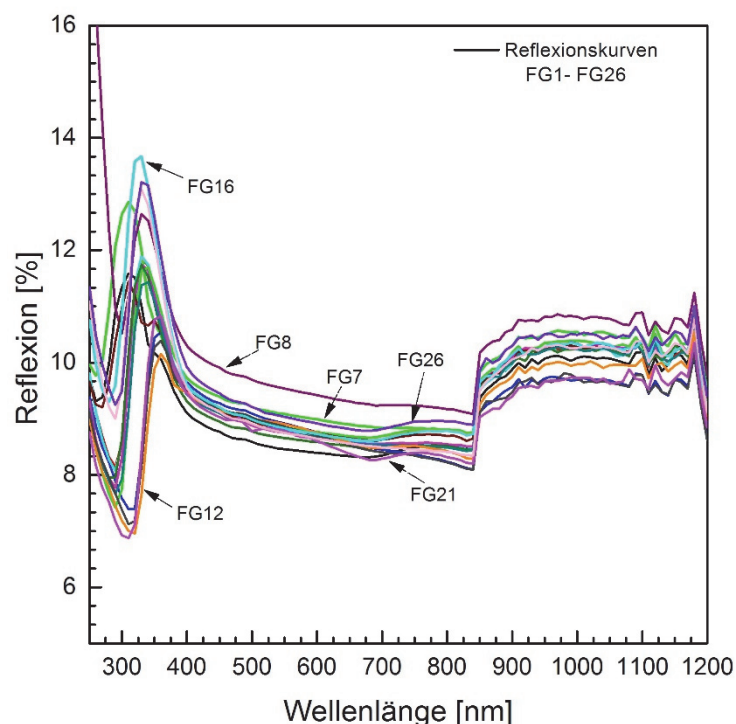


Abbildung 46: Reflexionskurven der Gläser FG1–FG26. Die Proben zeigen bei verschiedenen Wellenlängen unterschiedliche Reflexionsintensitäten. Probe FG8 hat eine insgesamt sehr hohe Reflexion.

Die höchste solare Reflexion weisen die Proben FG7 und FG8 auf, während FG21 die geringste Reflexion zeigt (vergl. Abbildung 47). Im Bereich der sichtbaren Reflexion haben alle Proben ähnliche Werte zwischen 8,5 bis 9 %, bis auf FG7, FG8 und FG26 die mit $R > 9$ % herausstechen (vergl. Abbildung 48). Im UV-Bereich zeigen FG16, FG22 und FG26 die höchsten Werte mit $R > 11$ %, während FG4 und FG12 mit Werten < 8 % deutlich weniger reflektieren (vergl. Abbildung 49). Es wird ersichtlich, dass Gläser mit einer niedrigen Transmission nicht automatisch eine höhere Reflexion aufweisen. Probe FG21 hat mit 86,31 % den zweitniedrigsten Transmissionswert im Probenpool und weist außerdem mit 8,95 % die geringste Reflexion aller Proben auf. Demzufolge scheint diese Probe besonders viel Licht zu absorbieren.

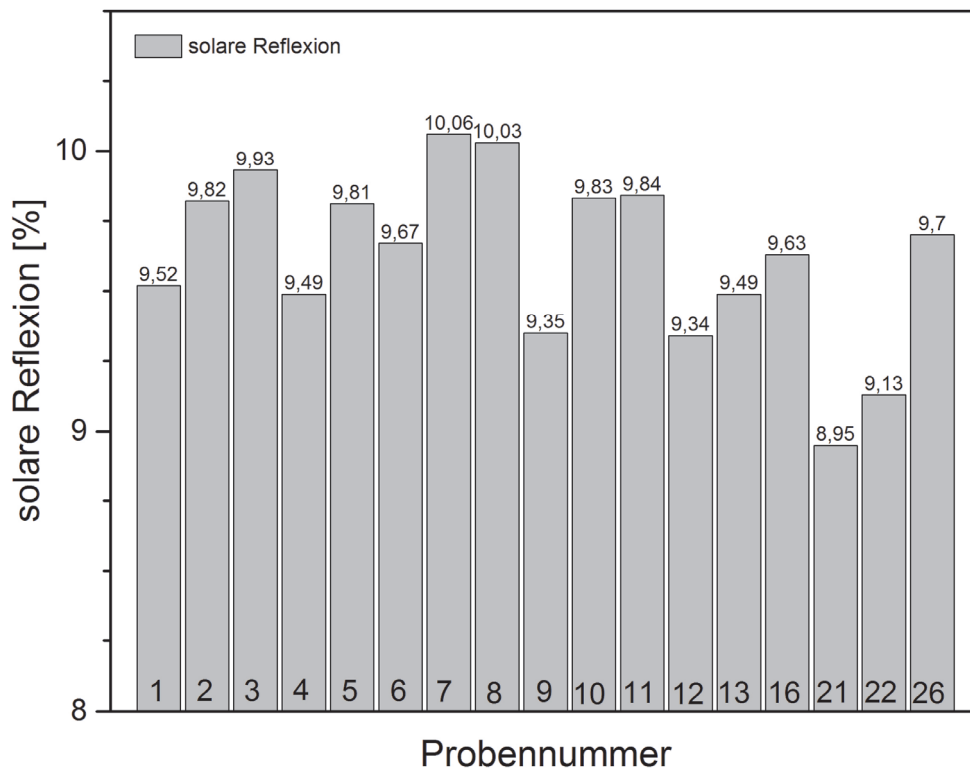


Abbildung 47: solare Reflexion der Proben FG1 – FG26. FG7 und FG erreichen Werte > 10 % Reflexion. Die Reflexion der Probe FG 21 ist mit < 9 % hingegen am niedrigsten.

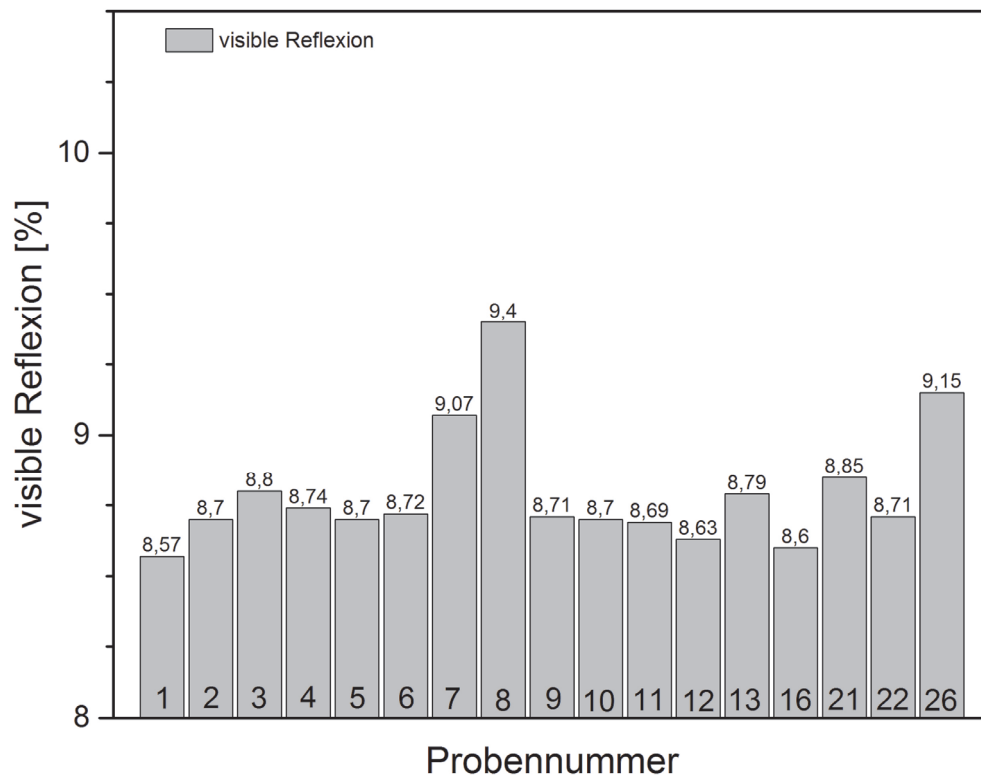


Abbildung 48: visible Reflexion der Ausgangsgläser im sichtbaren Bereich von 380 – 780 nm. FG7, FG8 und FG26 erreichen Werte > 9 % Reflexion.

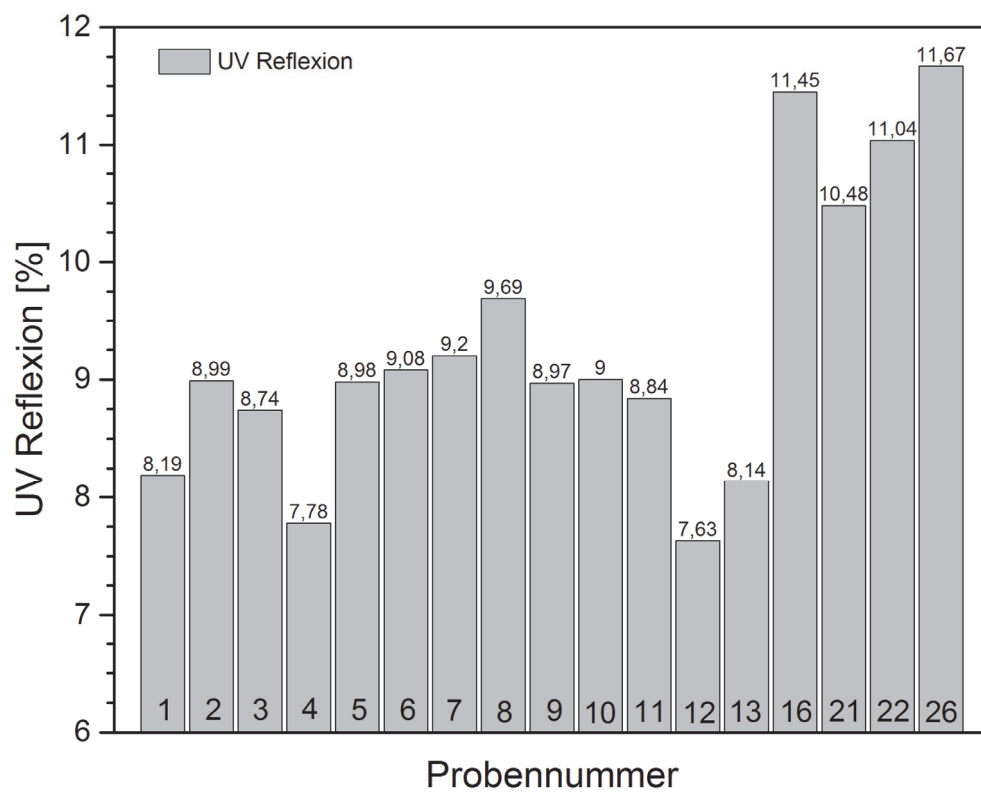


Abbildung 49: UV Reflexion der Ausgangsgläser im sichtbaren Bereich von 280 – 380 nm. FG4 und FG12 haben Werte < 8 % Reflexion, > 11 % Reflexion erreichen FG16, FG22 und FG26.

4.1.4.2 Oberflächennahe Infrarotspektroskopie (FT-IRRS)

Die FT-IRRS-Untersuchungen zeigen zunächst, dass die Proben sich grundsätzlich in ihrer Oberflächenbeschaffenheit sehr ähneln, keine der Proben weist in den Messergebnissen deutliche Abweichungen auf. Geringe Verschiebungen entlang der y-Achse, also in der Intensität der Reflexion, weisen auf geringfügig erhöhte Rauheiten der Oberfläche hin. Umso geringer die Intensität, umso rauher ist die Oberfläche, die dadurch vermehrt Streulicht verursacht, das nicht in vollem Umfang detektiert werden kann. Im Bereich von 450 cm^{-1} bis 1070 cm^{-1} ist dies bei FG26 der Fall, von 540 cm^{-1} bis 580 cm^{-1} sehen wir dies bei FG1, im Bereich 1070 cm^{-1} bis 1400 cm^{-1} hat FG21 eine niedrigere Reflexionsintensität und dann erneut ab 2400 cm^{-1} , im Bereich um 1270 cm^{-1} zeigt FG4 den niedrigsten Wert. Es ist jedoch zu beachten, dass die Proben vor den Messungen gereinigt wurden, eventuell vorhandene Korrosionserscheinungen wie eine Gelschicht oder Präzipitate wurden somit entfernt, was ursächlich für die geringen Unterschiede zwischen den Proben bei dieser Messung sein kann.

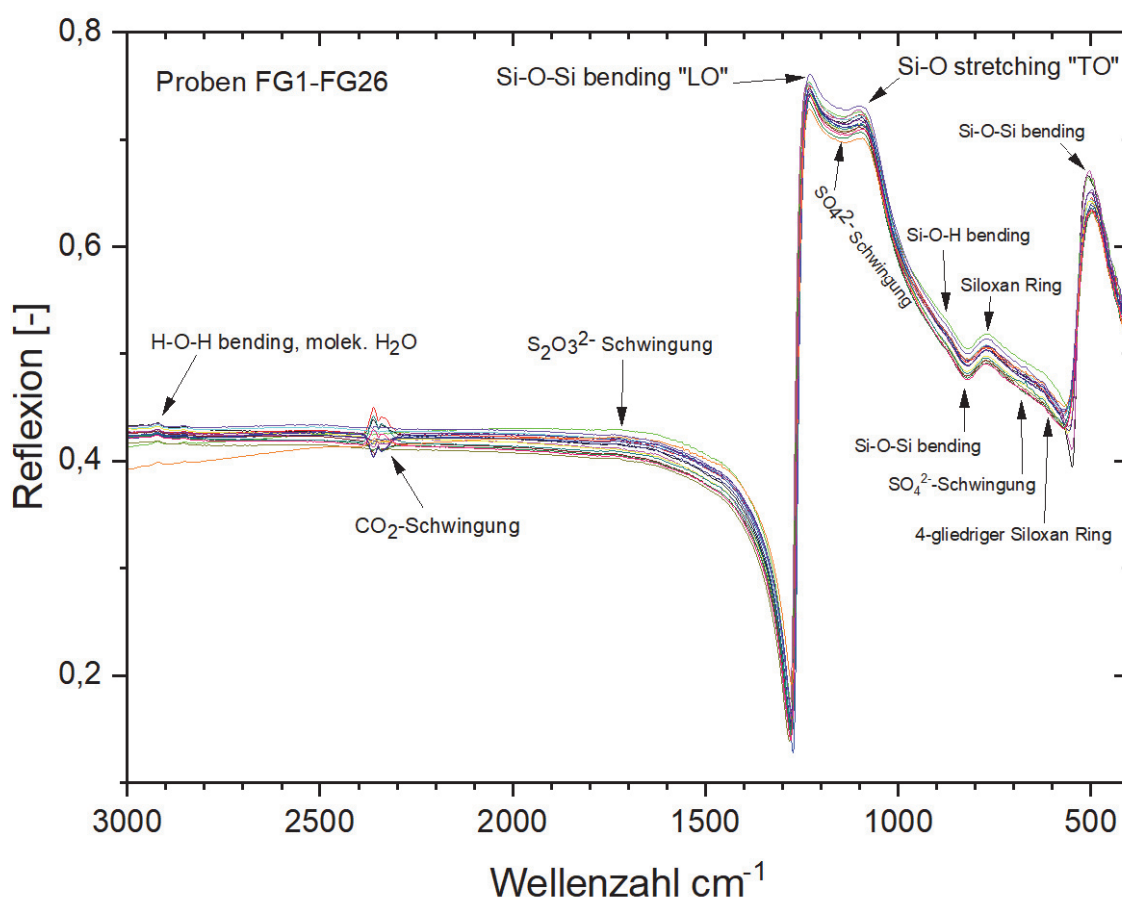


Abbildung 50: FT-IRRS-Messungen der Luftseiten der Ausgangsgläser FG1 – FG26. Es zeigen sich lediglich geringe Unterschiede bei allen gemessenen Gläsern.

Die NO^+ -Schwingungen bei 2360 cm^{-1} werden i. d. R. durch Verunreinigungen der Umgebungsluft verursacht, deren Intensität im zeitlichen Verlauf der Messung mehrerer Proben zunehmen werden kann, ebenso wie die kleineren Banden bei 1700 cm^{-1} , 1140 cm^{-1} sowie 670 cm^{-1} , die durch Schwefelverbindungen hervorgerufen werden und hier kaum bis gar nicht in Erscheinung treten.

4.1.5 Auslaugung der Oberfläche

Die Auslaugung der Oberfläche wurde in Form eines Tiefenprofils per SNMS bestimmt (vergl. Absatz 3.3.1). Die Alteration der Glasoberflächen ist sehr unterschiedlich fortgeschritten. Gründe hierfür können unterschiedlich lange Lagerung, verschiedene Lagerungsbedingungen und natürlich die Zusammensetzung der Gläser sein (vergl. Absatz 1.4.3). Eine besonders starke Na-Laugung im Vergleich zu den anderen Proben weist FG1 ($142,4\text{ nm}$) auf (vergl. Abbildung 51). Dies gilt sowohl für die Luft- als auch die Badseite. Des Weiteren haben FG6, FG10 und FG21 auf der Luftseite erhöhte Auslaugungstiefen. Auf der Badseite hingegen sind die Laugungstiefen insgesamt deutlich geringer, hier treten FG2, FG6, FG9, FG10, FG11 und FG16 geringfügig hervor. Einige Proben weisen eine nahezu nicht messbare Auslaugung auf, hierzu gehören FG8, FG12 und FG13. FG12 zeigt mit $5,6\text{ nm}$ ebenfalls die mit Abstand geringste Laugungstiefe für Na auf der Luftseite.

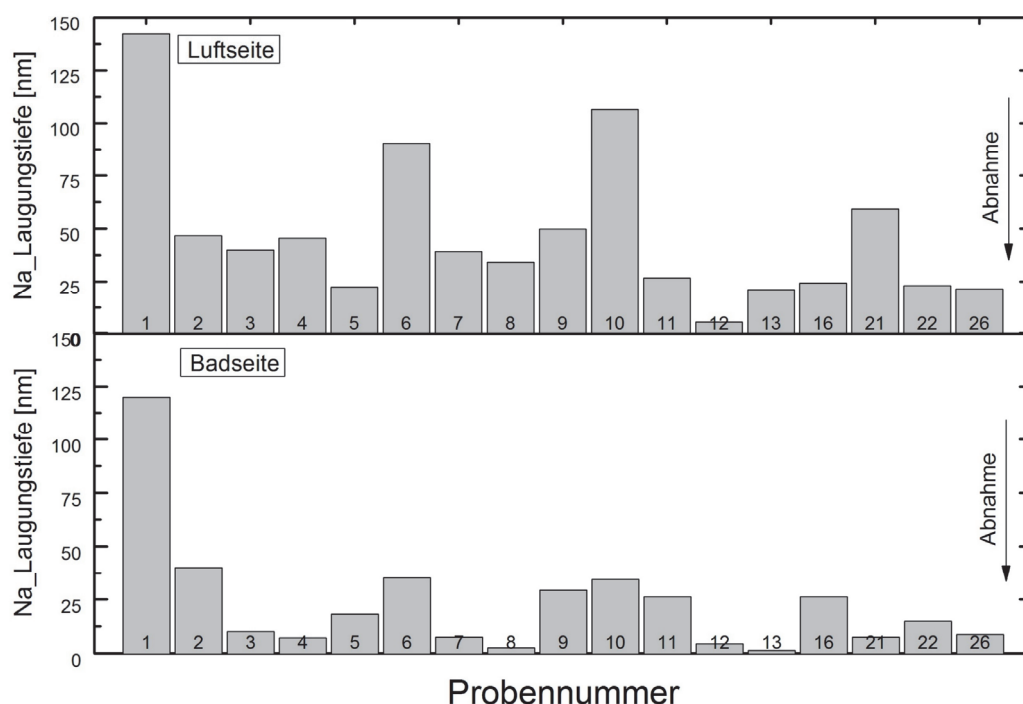


Abbildung 51: Na-Laugungstiefe der Ausgangsgläser FG1 – FG26. Der Na-Gehalt nimmt zur Oberfläche hin ab. Eine besonders geringe Laugungstiefe auf der Luftseite zeigt FG12 mit $< 25\text{ nm}$, eine große Laugungstiefe von $> 125\text{ nm}$ hat FG1.

In Bezug auf die Ca-Laugung der Luftseite sticht keine Probe deutlich hervor, wie es bei der Na-Laugung der Probe FG1 zu beobachten ist. Höhere Laugungstiefen weisen FG4 (31,2 nm) und FG7 (31,8 nm) auf, auch FG3, FG5, FG8, FG12 und FG21 können als leicht erhöht bezeichnet werden. Auf der Badseite hat lediglich FG6 mit 32,5 nm eine aus dem Probenpool herausstechende Laugungstiefe (vergl. Abbildung 52).

Magnesium reichert sich im Gegensatz zu Natrium und Calcium mit zunehmender Nähe zur Oberfläche an, ebenso wie Kalium. Dies geschieht in Korrelation zu den ausgelaugten Elementen. Mg ist auf der Luftseite von FG3 (41,3 nm), FG6 (38,0 nm) und FG8 (43,0 nm) bereits bis in höhere Tiefen angereichert, wenn diese Werte auch deutlich hinter den Na-Laugungstiefen von bis zu 142 nm zurückbleiben. Auf der Badseite ist eine höhere Anreicherungstiefe bei FG2 und FG3 zu beobachten. Eher geringe Anreicherungstiefen haben FG11, FG16 und FG22 auf der Luftseite, sowie FG8, FG11 und FG12 auf der Badseite (vergl. Abbildung 53).

Die höchsten Kalium-Anreicherungstiefen findet man auf der Luftseite bei FG1 (38,5 nm), FG2 (33,0 nm) sowie FG8 (30,0 nm), die geringste Tiefe weist FG4 mit 11,0 nm auf. Auf der Badseite nehmen ebenfalls FG1 und FG2 die Spitzenpositionen ein, die geringsten K-Anreicherungstiefen haben FG8 und FG26 (vergl. Abbildung 54).

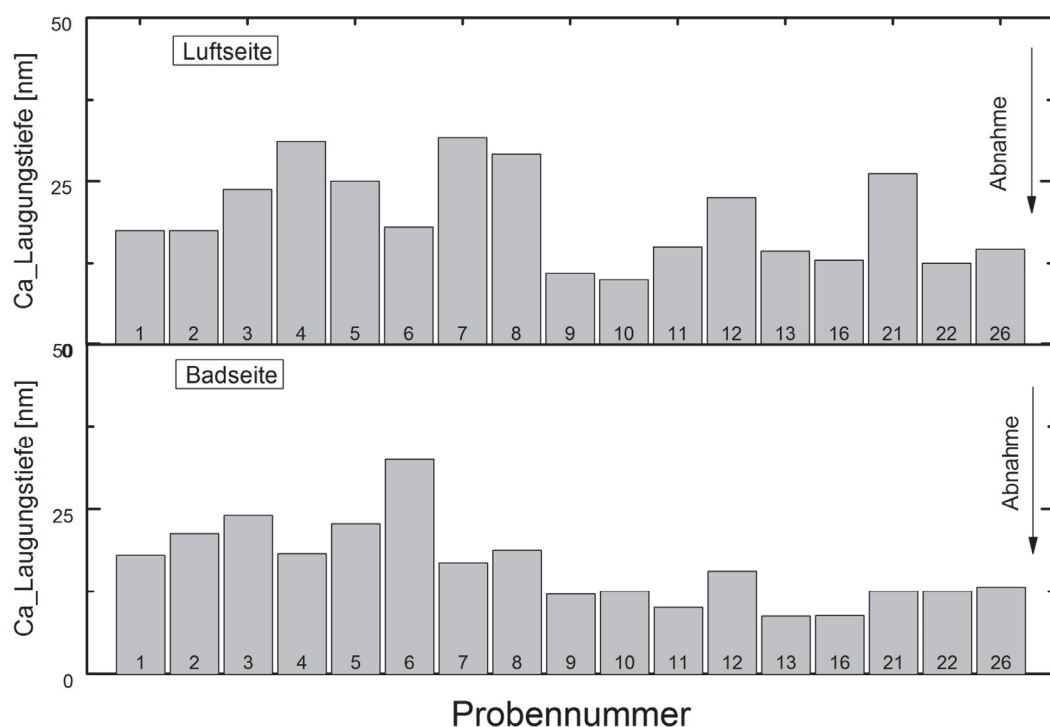


Abbildung 52: Ca-Laugungstiefe der Ausgangsgläser FG1 – FG26. Der Na-Gehalt nimmt zur Oberfläche hin ab. Die Laugungstiefen liegen bei 10 – 30 nm und unterscheiden sich somit nicht stark voneinander.

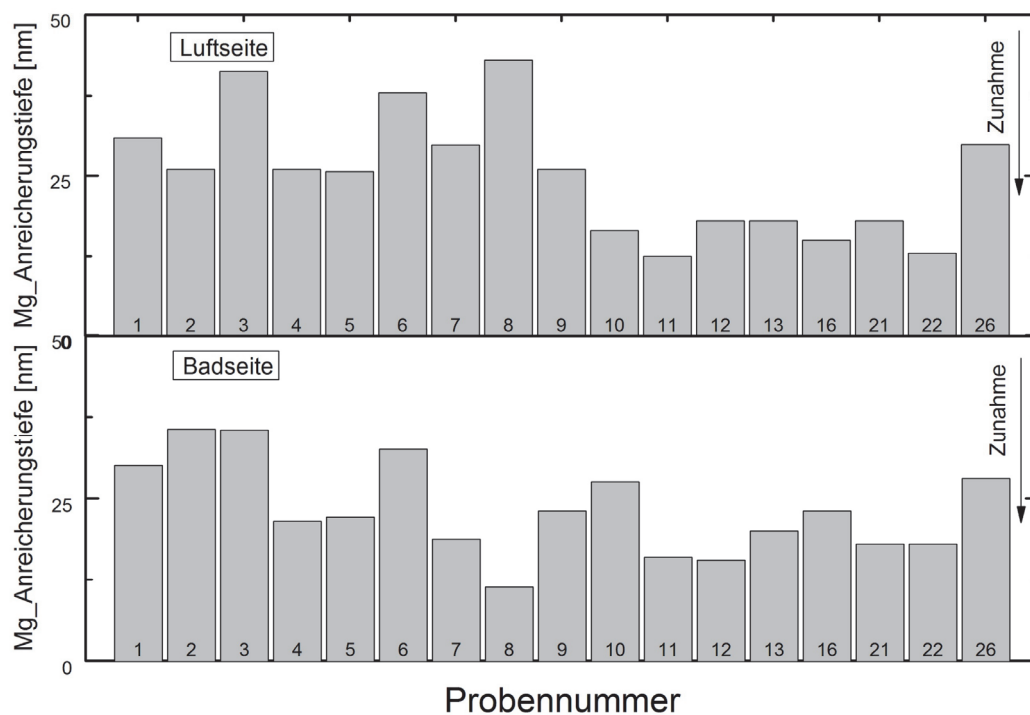


Abbildung 53: Mg-Anreicherungstiefe der Ausgangsgläser FG1 – FG26. Der Mg-Gehalt nimmt zur Oberfläche hin zu, die genannte Tiefe nennt den Bereich, in dem der Mg-Gehalt wieder dem der Bulk-Zusammensetzung des Glases entspricht.

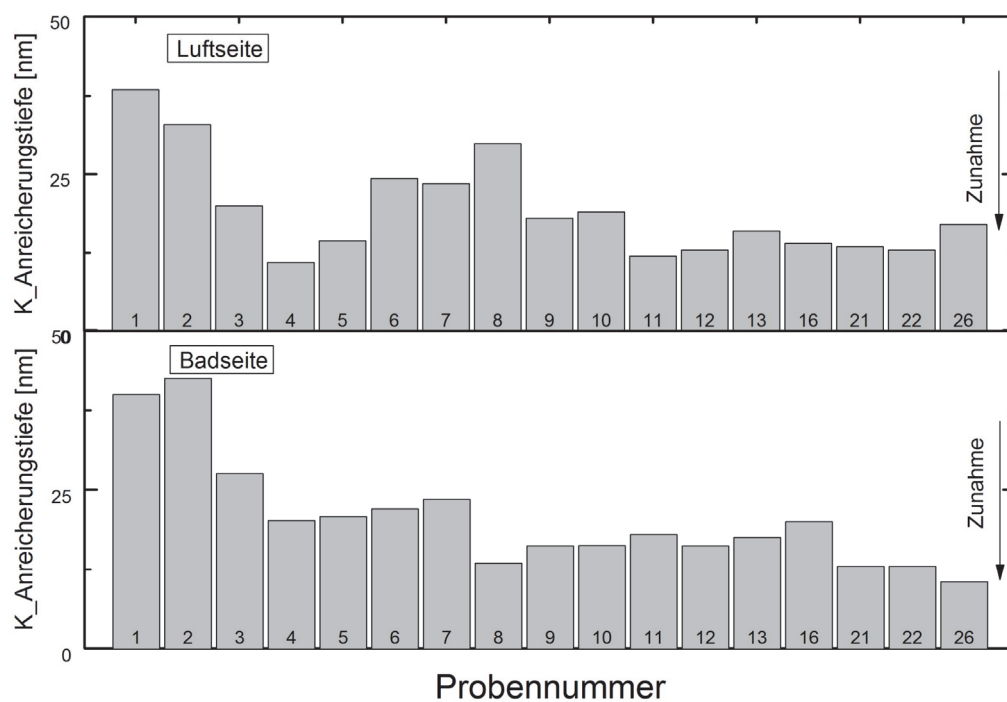


Abbildung 54: K-Anreicherungstiefe der Ausgangsgläser FG1 – FG26. Der K-Gehalt nimmt zur Oberfläche hin zu, die genannte Tiefe nennt den Bereich, in dem der K-Gehalt wieder dem der Bulk-Zusammensetzung des Glases entspricht.

Im Ergebnis der Silizium-Messung weisen die Proben sehr unterschiedliche Anreicherungstiefen auf. Auf der Luftseite der Proben hat FG3 mit 31,8 nm den höchsten Wert, aber auch FG1, FG2, FG6, FG21 zeigen größere Anreicherungstiefen. Die geringsten Werte auf der Luftseite haben FG4 (10,4 nm) und FG12 (10,0 nm). Auf der Badseite haben wiederum die Proben FG1, FG2, FG3 und FG6 die tiefste Siliziumanreicherung, während FG21 den niedrigsten Wert zeigt.

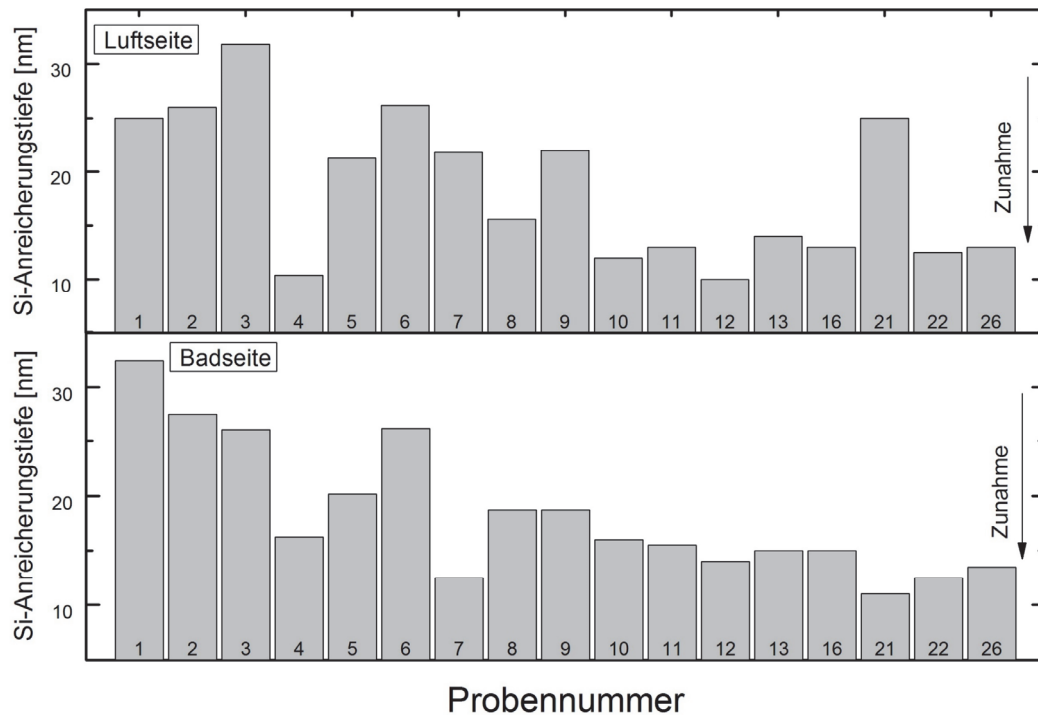


Abbildung 55: Si- Anreicherungstiefe der Ausgangsgläser FG1 – FG26. Der Si-Gehalt nimmt zur Oberfläche hin zu, die genannte Tiefe nennt den Bereich, in dem der Si-Gehalt wieder dem der Bulk-Zusammensetzung des Glases entspricht.

4.2 Klimaexperimente: 25 Tage im Klimaschrank und auf dem Peltierelement

Für die Versuche im Klimaschrank wurden die Gläser FG8 und FG26 ausgewählt. Es handelt sich um eisenarme Floatgläser, die sich unter anderem im Gehalt von SiO_2 und Al_2O_3 unterscheiden. Während FG8 mit 73 mol% den leicht geringeren Gehalt an SiO_2 aufweist, enthält das Glas mit 1,15 mol% mehr als doppelt so viel Al_2O_3 wie FG26. Des Weiteren hat FG8 einen fast 2 mol% höheren Gehalt an Na_2O , während FG26 einen um 1,8 mol% höheren Gehalt an CaO aufweist. Darüber hinaus ist die Lagerungsgeschichte von FG8 unbekannt, während das Produktionsalter von FG26 auf 2 Monate datiert werden kann.

Tabelle 6: Zusammensetzung der Gläser FG8 und FG26.

ProbenNr.	SiO_2	Na_2O	CaO	MgO	Al_2O_3	K_2O	SO_3
	mol%	mol%	mol%	mol%	mol%	mol%	mol%
FG8	73,05	13,17	7,48	4,96	1,15	0,01	0,18
FG26	73,40	11,36	9,35	5,22	0,47	0,01	0,18

Der sogenannte **Damp-Heat-Test** (85/85-Test) wurde wie unter Absatz 3.4.2 beschrieben durchgeführt. Messungen der Oberfläche erfolgten mit den in Absatz 3 beschriebenen Methoden der Indentation, 3D-Lasermikroskopie, SNMS und UV/Vis-Spektroskopie. Der **zyklische Kondensationstest** (TEC-Test) fand wie unter Absatz 3.4.3 beschrieben statt. Messungen der Oberfläche erfolgten wiederum mit den in Absatz 3 beschriebenen Methoden.

4.2.1 Veränderungen der Oberflächeneigenschaften

4.2.1.1 Härte und Sprödigkeit

Mithilfe der Nanoindentation wurde die Härte im Bereich der nahen Oberfläche bis ca. $3,6\text{ }\mu\text{m}$ Tiefe bestimmt. Abbildung 56 zeigt die Veränderung der Härte in Korrelation mit der aufgebrachten Kraft und somit ebenfalls den Indentation Size Effect (ISE) bei geringeren Kräften. Zunächst werden sowohl bei Probe FG8 als auch FG26 Unterschiede zwischen den beiden durchgeführten Experimenten deutlich. FG8 zeigt beim zyklischen Kondensationstest (TEC) einen ausgeprägten ISE, die Werte für eine Kraft von 300 mN liegen bei $d = 5$, $d = 7$ und $d = 10$ Tagen zwischen $H_V = 10\text{ GPa}$ und $H_V = 11\text{ GPa}$, während sie bei 1200 mN zwischen $H_V = 6,5\text{ GPa}$ und $H_V = 7,5\text{ GPa}$ liegen. Nach 85/85-Test konnten hingegen weitaus

weniger konsistente Messergebnisse gewonnen werden. Während der ISE augenscheinlich geringer ausfällt, ist die Härte nach $d = 15$ Tage und $d = 20$ Tage bei fast allen aufgebrauchten Kräften höher als bei den anderen Datensätzen der Probe FG8.

Probe FG26 zeigt ebenfalls beim zyklischen Kondensationstest die konsistenteren Werte, während H_V nach dem 85/85-Test sehr unterschiedlich ausfällt. Deutlich erhöhte Werte sieht man hier bei $d = 5$ Tage sowie $d = 15$ Tage, wobei ersterer bei einer Kraft von 400 mN auf fast $H_V = 12$ GPa ansteigt. Grundsätzlich verändern sich alle Härtewerte von Kraft zu Kraft sehr deutlich. Beim TEC-Versuch ist ebenfalls nicht eindeutig ein ISE festzustellen. Während einige Datensätze ($d = 15$ Tage, $d = 20$ Tage) eine gewisse Erhöhung der Härte im Bereich von 300 mN erkennen lassen, ist bei anderen wie $d = 7$ Tage sogar das Gegenteil der Fall. Bei $d = 15$ Tage und $d = 20$ Tage kann sogar von einer Erhöhung der Härte bei höherer Kraftaufbringung bis hin zu 1500 mN auf bis zu $H_V > 8$ GPa gesprochen werden.

Zwischen den beiden Proben lassen sich ebenfalls Differenzen erkennen. Nach dem Damp-Heat-Test findet man bei FG8 einen Härtebereich (zwischen 800 – 1500 mN) von etwa 6,5 bis 8 GPa, in dem sich die Datensätze bewegen, bei FG26 erstreckt sich dieser Bereich von 6,5 bis 9 GPa, die Werte sind also deutlich variabler. Nach dem TEC-Experiment finden wir bei FG8 einen Bereich (zwischen 800 – 1500 mN) von 6,5 bis 7,5 GPa, während sich dieser bei FG26 von 6,5 bis 8 GPa erstreckt. Die Werte bei einer Kraft von 300 mN liegen bei FG8 TEC bei 9 – 11 GPa, während sie bei FG26 zwischen 7 und 9,5 GPa liegen. Hier ist der ISE somit geringer ausgeprägt. Nach 85/85 hingegen ist es schwer, im Bereich der niedrigen Kräfte deutliche Unterschiede bezüglich des ISE festzustellen.

Ist der ISE weniger deutlich ausgeprägt, ist dies darauf zurückzuführen, dass eine durch Korrosion entstandene weiche Gelschicht auf der Glasoberfläche diesen Effekt ausgleicht. Allerdings erfolgt beim niedrigsten angesetzten Wert von 300 mN bereits ein Eindringen in Tiefen um 1200 nm. Man muss davon ausgehen, dass in diesem Bereich noch keine starke An- oder Abreicherung an Alkalien vonstattengegangen ist. In tiefere Bereiche des Glases dringt allerdings die Hydratisierung vor, die bei Probe FG8 nach 85/85 bis 300 nm sowie nach TEC bis 100 nm messbar war (vergl. Abbildung 66). Demnach hätte die höhere Hydratisierungstiefe zu einer geringeren Ausprägung des ISE geführt. Für FG26 sind diese Zusammenhänge nicht deutlich zu belegen, da nur Hydratisierungstiefen von 50 nm bzw. 30 nm gemessen wurden.

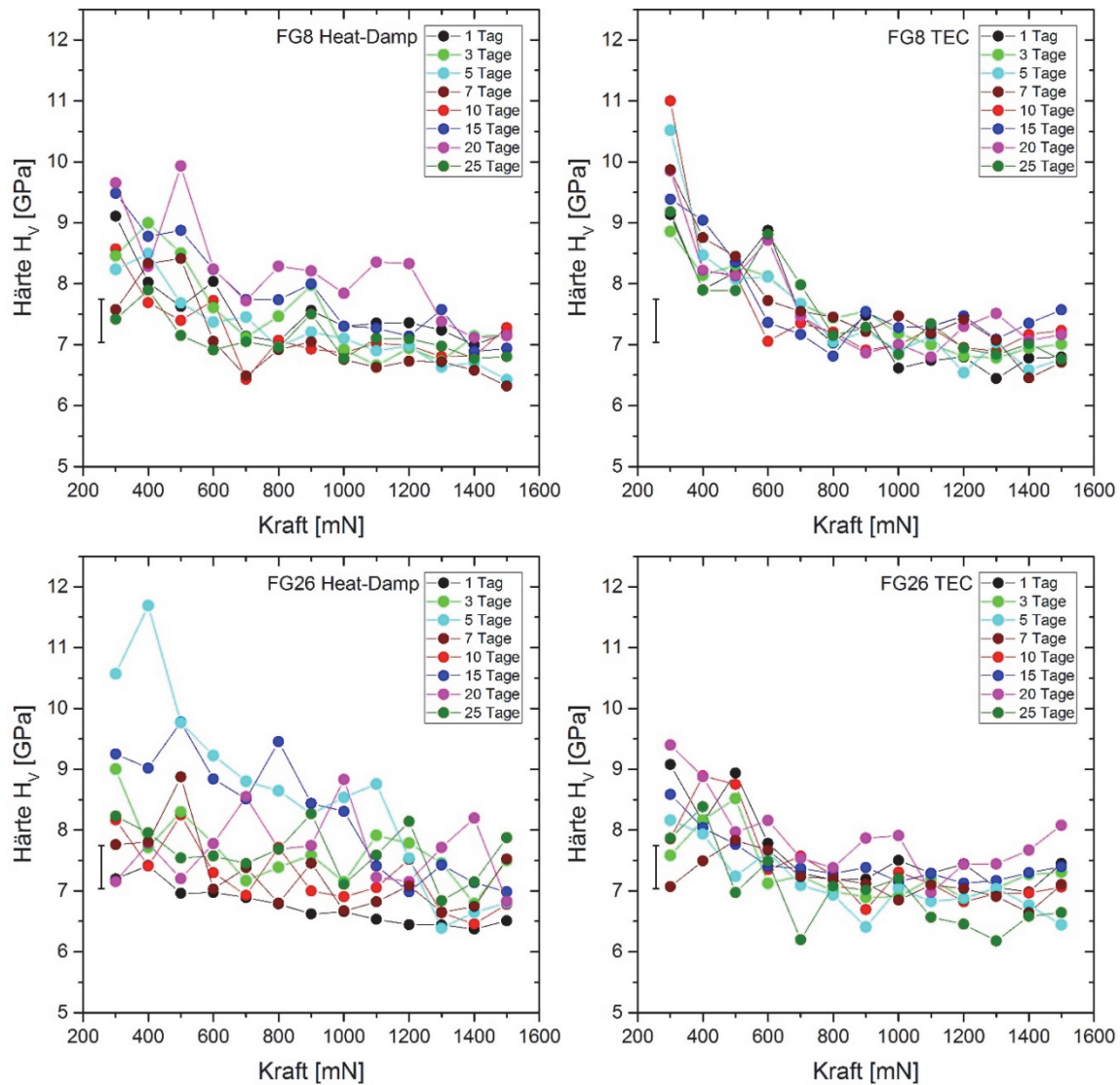


Abbildung 56: Indentation Size Effect (ISE) der Proben FG8 und FG26 bei einer Indenterbeprobung von 300 – 1500 mN (Eindringtiefe 1200 – 3000 nm).

Abbildung 57 zeigt nun die Härte-Mittelwerte der beiden Proben im Bereich von 800 – 1500 mN. Zunächst fällt auf, dass bei FG8 die Härte der Glasoberfläche bei beiden Experimenten im Gegensatz zur unbehandelten Ausgangsprobe ansteigt. Die Härten unterscheiden sich bis zu einer Experimentdauer von $d = 10$ Tage nach beiden Experimenten eher geringfügig voneinander. Anders ist dies bei Probe FG26, deren ursprüngliche Härte über der von FG8 liegt. Nach $d = 1$ Tag 85/85 fällt H_V zunächst ab, um im Verlauf der Zeit dann wieder deutlich anzusteigen. Die Härtekurven beider Proben ähneln sich für den TEC-Test im Verlauf, während beim Damp-Heat-Test lediglich für $d = 15$, $d = 20$ und $d = 25$ ein ähnlicher Kurvenverlauf festgestellt werden kann.

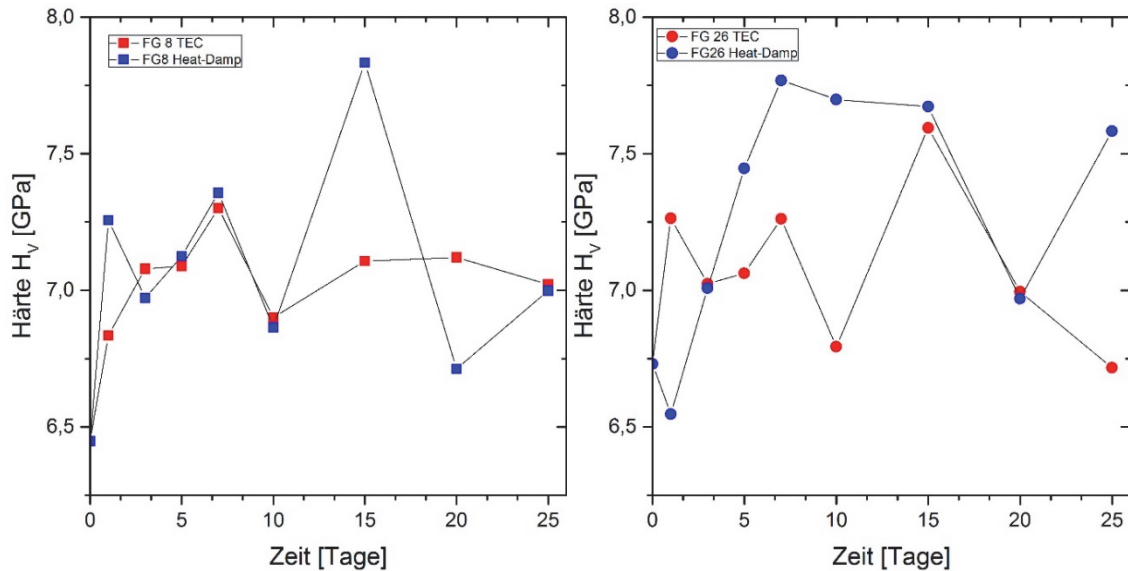


Abbildung 57: Härte H_V (800 mN – 1500 mN) der Probe FG8 (links) und Probe FG26 (rechts) im Verlauf der Zeit.

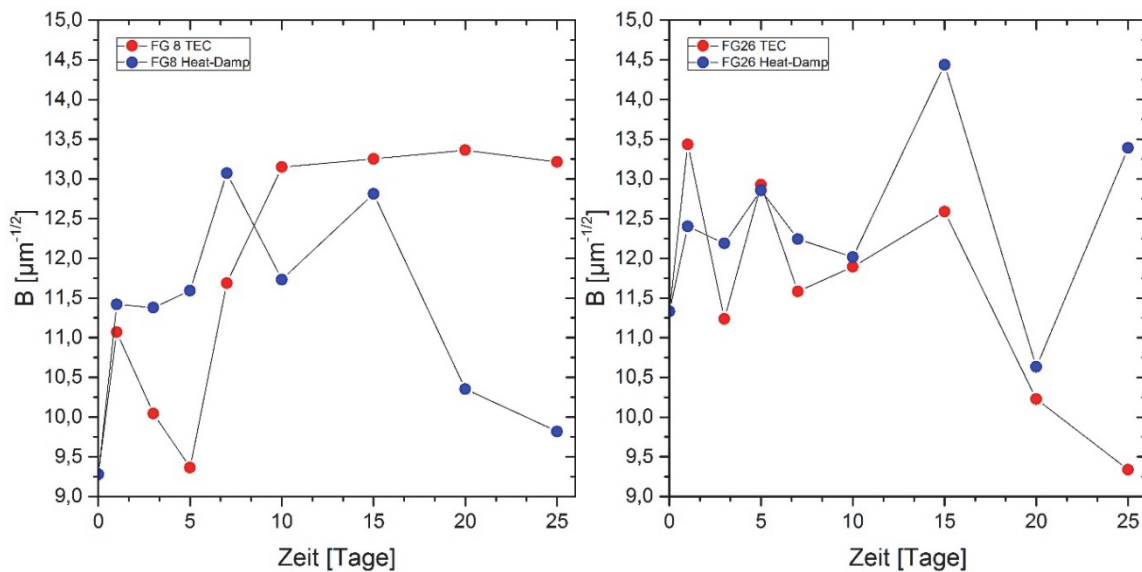


Abbildung 58: Sprödheit B (800 mN – 1500 mN) der Probe FG8 (links) und Probe FG26 (rechts) im Verlauf der Zeit.

Die Sprödheit nimmt bei FG8 bei beiden Experimenten einen nahezu entgegengesetzten Verlauf, wie Abbildung 58 zeigt. Während B bei TEC bis $d = 5$ zunächst abfällt, steigt die Sprödheit dann schließlich stark an und pendelt sich bei Werten um $B = 13,25 \mu\text{m}^{-1/2}$ ein. Beim Damp-Heat-Test steigt die Sprödheit zunächst bis $d = 7$ Tage an, um dann bis auf einen höheren Wert bei $d = 15$ Tage wieder abzufallen. Bei FG26 sind hingegen bis $d = 20$ Tage die Kurvenverläufe recht ähnlich. Nach einem Auf und Ab zwischen $B = 11 \mu\text{m}^{-1/2}$ und $B = 13,5 \mu\text{m}^{-1/2}$ bis $d = 10$ Tage, kommt es zu einem stärkeren Anstieg bei $d = 15$ Tage nach 85/85-Test und dann zu einem Abfall beider Werte bei $d = 20$ Tage. Bei $d = 25$ Tage zeigt

sich nun das entgegengesetzte Bild zu FG8: Nach TEC ist ein deutlich niedrigerer Wert zu verzeichnen als nach 85/85. Außerdem liegt dieser Wert für B auch noch deutlich unter dem der Ausgangsprobe, anders als bei FG8, wo der niedrige Wert nach 85/85 für $d = 25$ Tage noch leicht über dem Ausgangswert liegt.

4.2.1.2 Bruchzähigkeit und Rissbildung

Die Bruchzähigkeit K_{IFT} nimmt bei beiden Experimenten der Probe FG8 einen nahezu entgegengesetzten Verlauf, lediglich nach $d = 1$ Tag sind die Werte noch sehr ähnlich und fallen zunächst im Vergleich zur Ausgangsprobe deutlich ab (vergl. Abbildung 59). Nach TEC zeigt sich nun aber bis $d = 5$ Tage ein Anstieg bis über den Ausgangswert und dann bis $d = 10$ Tage ein starker Abfall, der dann auch bis $d = 25$ Tage gehalten wird. Anders ist dieser Verlauf nach dem Damp-Heat-Test, der bis $d = 7$ Tage ein deutliches Absinken der Bruchzähigkeit aufweist. Schließlich steigt der Wert wieder an, bis die Risswiderstand bei $d = 25$ Tage höher beim Ausgangswert liegt.

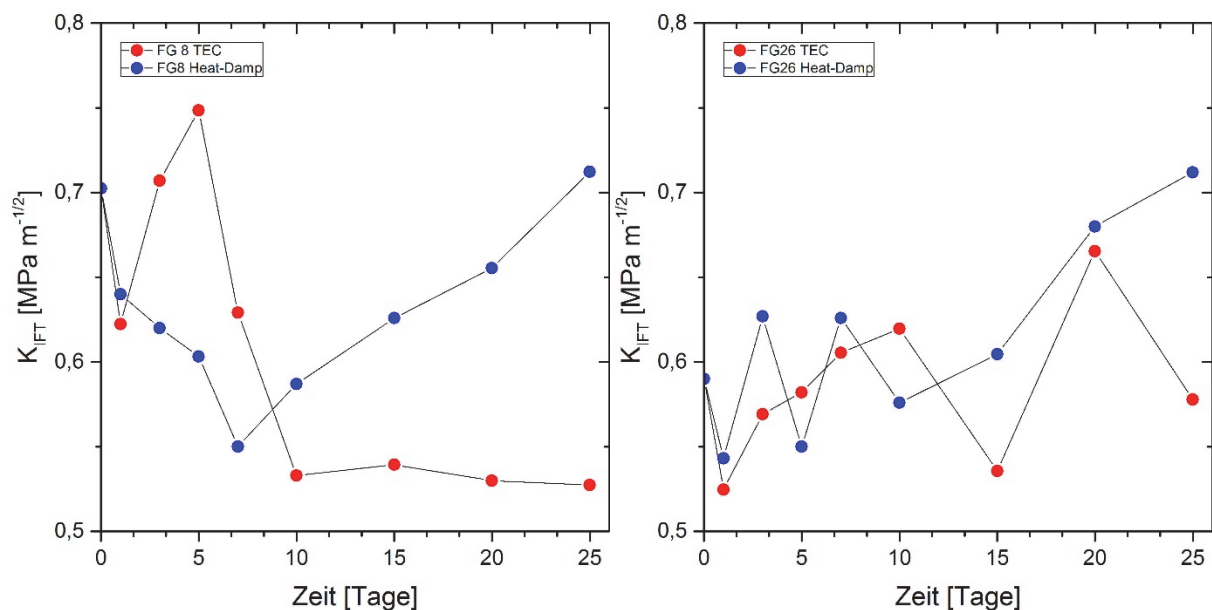


Abbildung 59: Bruchzähigkeit K_{IFT} (800 mN – 1500 mN) der Probe FG8 (links) und Probe FG26 (rechts) im Verlauf der Zeit. Die Bruchzähigkeit wird nach längerer Versuchsdauer bei TEC im Vergleich zu 85/85 teils deutlich reduziert.

Auch bei FG26 fällt der K_{IFT} -Wert zunächst bei $d = 1$ Tag ab. Während nach TEC nun ein augenscheinlich gleichmäßiger Anstieg bis $d = 10$ Tage zu verzeichnen ist, springt dieser Wert nach dem 85/85 zunächst hin und her, bis er ab $d = 15$ Tage schließlich kontinuierlich ansteigt. Beiden Proben, FG8 und FG26, ist gemein, dass ab $d = 15$ Tage die Bruchzähigkeit

nach TEC geringer ist als nach 85/85 und außerdem die höhere Bruchzähigkeit nach Damp-Heat-Test stetig ansteigt. Bei FG26 liegt dieser Wert allerdings schon ab $d = 15$ Tage deutlich über dem Ausgangswertes.

Abbildung 60 zeigt die Entwicklung der Rissinitiierungswahrscheinlichkeit im Verlauf der Klimaschrankexperimente, die Messwerte befinden sich im Anhang B.1 Tabelle 19. Die Rissbildung auf der Glasoberfläche ist nach Behandlung durch Damp-Heat-Test und zyklischen Kondensationstest jeweils unterschiedlich ausgeprägt. Während die unbehandelte Probe FG8 eine CR von 1291 mN aufweist, wird dieser Wert nach Damp-Heat-Behandlung nicht mehr erreicht. Lediglich nach $d = 5$ Tage bzw. $d = 25$ Tage wird die Rissinitiierungswahrscheinlichkeit von 50 % überschritten, alle weiteren Messungen liegen > 1500 mN und somit außerhalb des Messbereichs. Anders ist dies nach TEC, wo nach $d = 3$ (1137 mN) und $d = 7$ Tagen (1248 mN) die CR der Ausgangsprobe sogar unterschritten wird. Lediglich $d = 1$ Tage und $d = 10$ Tage zeigen eine PCI von > 50 % erst bei einer Kraft von > 1500 mN. Die Rissbildung ist nach TEC als ausgeprägter als nach 85/85, die Anzahl der Risse ist ebenfalls stets höher, einzige Ausnahme bildet hier $d = 5$ Tage (vergl. Abbildung 60 und Abbildung 61).

Noch weitaus deutlicher zeigt sich diese Tendenz bei FG26, dessen CR der unbehandelten Ausgangsprobe bei 1270 mN liegt. Nach Damp-Heat-Test ist die CR bei $d = 1$ Tag, $d = 7$ Tage und $d = 20$ Tage reduziert, nach 7 Tagen sogar sehr deutlich auf nur noch 330 mN. Nur $d = 3$ Tage und $d = 15$ Tage weisen eine hohe $CR > 1500$ mN außerhalb des Messbereichs auf. Nach TEC-Behandlung sind ausnahmslos alle Proben der Reihe auf eine CR unterhalb des Ausgangswertes von FG26 gefallen, die Rissbildung setzt also deutlich früher und stärker ein (vergl. Abbildung 60 und Abbildung 61). Die Gesamtzahl der Risse ist im Vergleich zum Damp-Heat-Test in der Regel etwa doppelt so hoch, für $d = 25$ Tage ist die Rissbildung sogar um mehr als das Dreifache erhöht. Dies ist ein bemerkenswertes Ergebnis vor dem Hintergrund, dass die geringste Kraftaufbringung von 300 mN bereits zu einer Eindringtiefe von etwa 1200 nm führt, die höchste Kraft von 1500 mN zu einer Eindringtiefe von bis zu 3000 nm. Wie wir in Abschnitt 4.2.2 sehen werden, beläuft sich die maximale Auslaugungstiefe auf lediglich 160 nm unterhalb der Glasoberfläche, bei FG26 liegt sie größtenteils im Bereich von nur 10 – 50 nm. Bei der Nanoindentation entstehen Eindruckdurchmesser an der Glasoberfläche von etwa 7 – 20 μm , die dann zur Verdichtung bzw. Bruch des Glases im umgebenden Bereich führen. Hier werden die unterschiedlichen Korrosionsbedingungen also bereits im Bereich weniger Nanometer Tiefe deutlich.

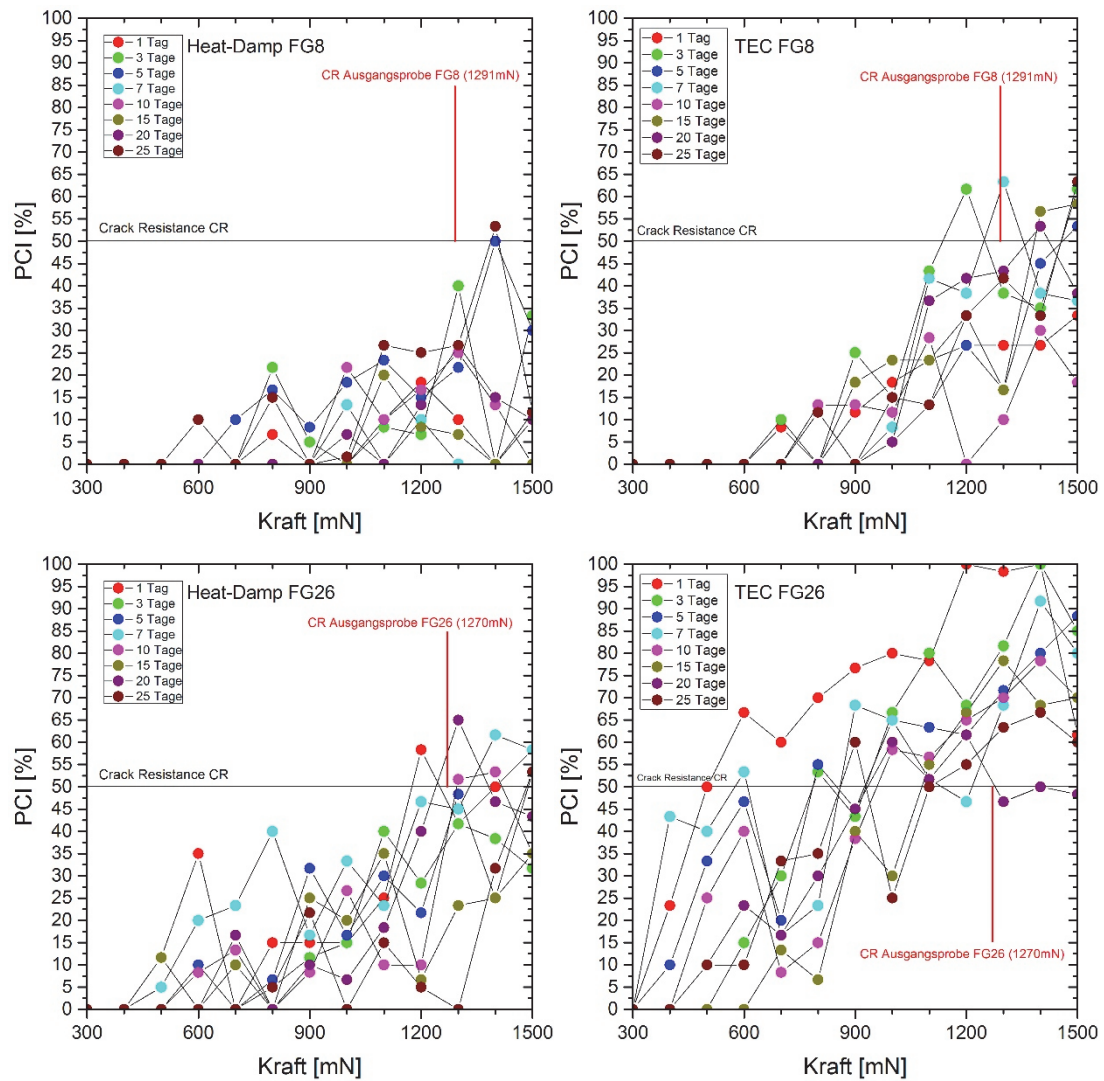


Abbildung 60: Rissinitiierungswahrscheinlichkeit (PCI) der Proben FG8 (Dampf-Heat-Experiment oben links, zyklischer Kondensationstest oben rechts) und FG26 (Dampf-Heat-Experiment unten links, zyklischer Kondensationstest unten rechts) im Verlauf der Dauer des Experiments bei Kräften von 300 mN – 1500 mN per Nanoindentation.

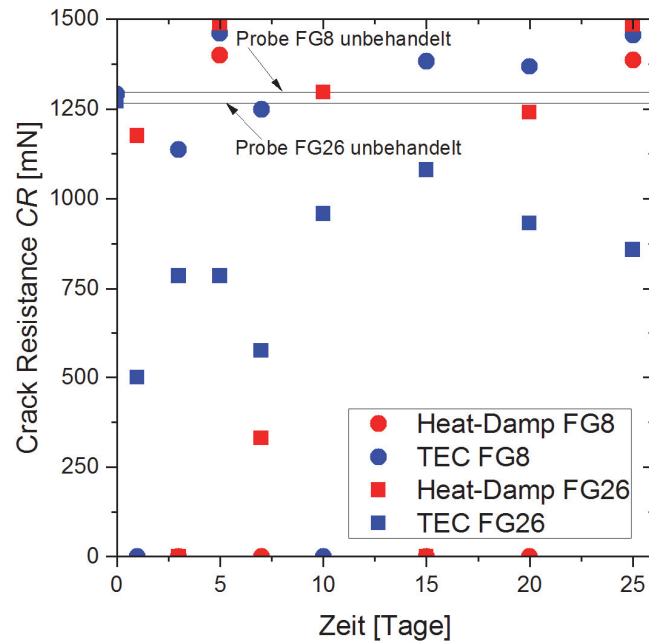


Abbildung 61: Risswiderstand (CR) der Proben FG8 und FG26 im zeitlichen Verlauf des Experiments. Nach TEC findet eine Rissbildung tendenziell früher statt, während es nach 85/85 häufig erst bei höheren Kräften oder gar nicht mehr (im Bereich bis 1500 mN) zur Rissbildung kommt.

Abbildung 62 zeigt die Anzahl der Risse nach 85/85 und TEC der Proben FG8 und FG26 unterteilt in Radialrisse und Sekundärradialrisse. Man erkennt, dass nach TEC bei beiden Proben die Rissanzahl höher ist als nach 85/85. Die Rissanzahl von FG26 übersteigt die Rissanzahl von FG8 deutlich; durch die geringere Rissanzahl wird bei FG8 auch der alternierende bzw. schwankende Verlauf mit der Zeit deutlicher sichtbar, obwohl dieser bei FG26 ebenfalls, wenn auch etwas geringer ausgeprägt, vorhanden ist. Radialrisse und Sekundärradialrisse sind etwa in gleicher Häufigkeit vorhanden, einzige Ausnahme bildet FG26 nach TEC. Hier ist die Anzahl der Radialrisse gegenüber der Anzahl der Sekundärradialrisse deutlich erhöht und diese Tendenz verstärkt sich mit zunehmender Dauer des Experiments. Da diese Probe auch im FT-IRRS-Spektrogramm Auffälligkeiten zeigt, ist davon auszugehen, dass die spezifische Rissbildung durch Indentation von der Oberflächenbeschaffenheit der Probe abhängig ist (vergl. Abbildung 77 in Abschnitt 4.2.4.2). Dieser Effekt wird umso deutlicher zutage treten, umso mehr Risse gebildet werden und umso höher *PCI* ist.

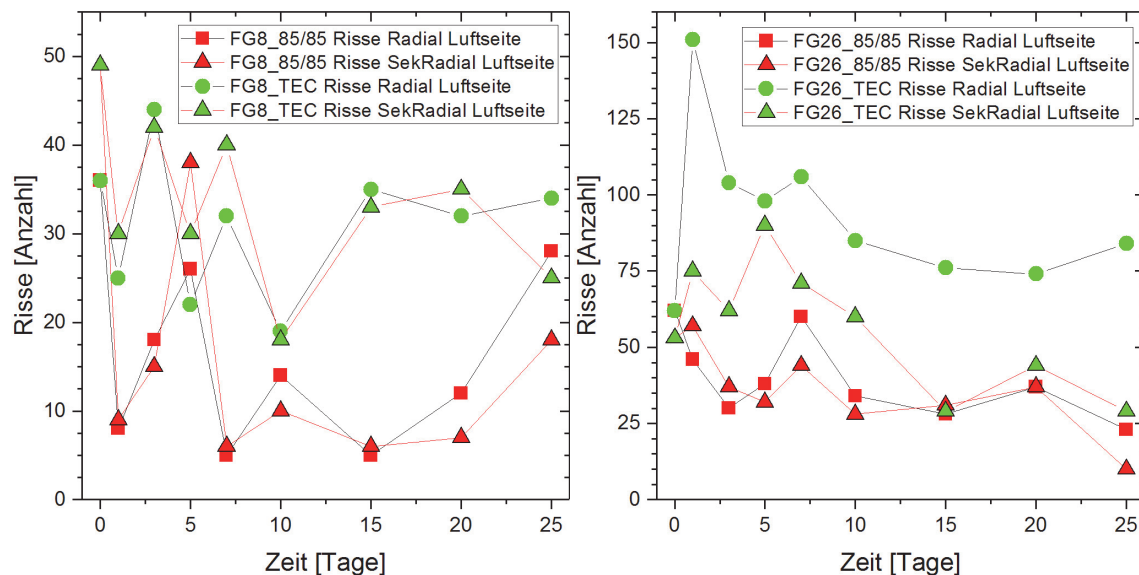


Abbildung 62: Anzahl der Radialrisse bzw. der Sekundärradialrisse im Verlauf der Zeit (FG8 links, FG26 rechts). Die Anzahl der Sekundärradialrisse bei FG26 nach TEC liegt deutlich niedriger als die der Radialrisse. Dies korreliert mit den auffällig geringen Laugungstiefen dieser Probe.

4.2.2 Auslaugung der Glasoberflächen

Es hat sich gezeigt, dass die Rissinitiiierungswahrscheinlichkeit sich nicht konstant im zeitlichen Verlauf des Experiments verändert, wie man es hätte erwarten können. Dies gilt jedoch ebenso für die Auslaugungstiefen der Hauptelemente der Gläser (Abbildung 63). Im Tiefenprofil zeigt sich ein deutlicher Unterschied zwischen Damp-Heat-Test und zyklischem Kondensationstest. Abbildung 63 zeigt das Tiefenprofil der Hauptelemente im Verlauf der Zeit, die einzelnen Profile der Proben im Experiment sind in Anhang B zu finden.

Die geringste Laugungstiefe zeigt FG26 nach TEC; bis auf einen kleinen Ausreißer für Kalium bei $d = 5$ Tage ist diese Schicht nicht dicker als 50 nm. Anders ist dies beim 85/85-Experiment, hier steigt die Laugungstiefe zunächst bis $d = 5$ Tage an, bei $d = 7$ Tage fällt die Laugungstiefe für Mg, Ca und Si kurz ab um dann bei $d = 10$ Tage wieder anzusteigen und sich bis $d = 25$ Tage im Bereich um 40 nm zu bewegen. Die einwertigen Ionen Na und K fallen hingegen bei $d = 10$ Tagen kurz ab, die Na-Laugungstiefe erhöht sich dann bis $d = 25$ Tage konstant. FG8 zeigt für Ca und Si eine sehr konstante Laugung in einer Tiefe zwischen 10 und 40 nm, lediglich die Si-Anreicherung steigt bei TEC ab $d = 10$ Tage stetig von etwa 10 nm auf 50 nm an. Deutlich erhöht ist die Na-Laugung während 85/85 gegenüber TEC, und dies bereits ab $d = 1$ Tag. Während die Mg-Lösungstiefe bei 85/85 ab $d = 7$ Tage immer weiter abfällt, steigt sie im Gegensatz dazu ab $d = 7$ Tage bei TEC an. Die K-Laugung schwankt bei beiden Experimenten stark zwischen 60 und 160 nm.

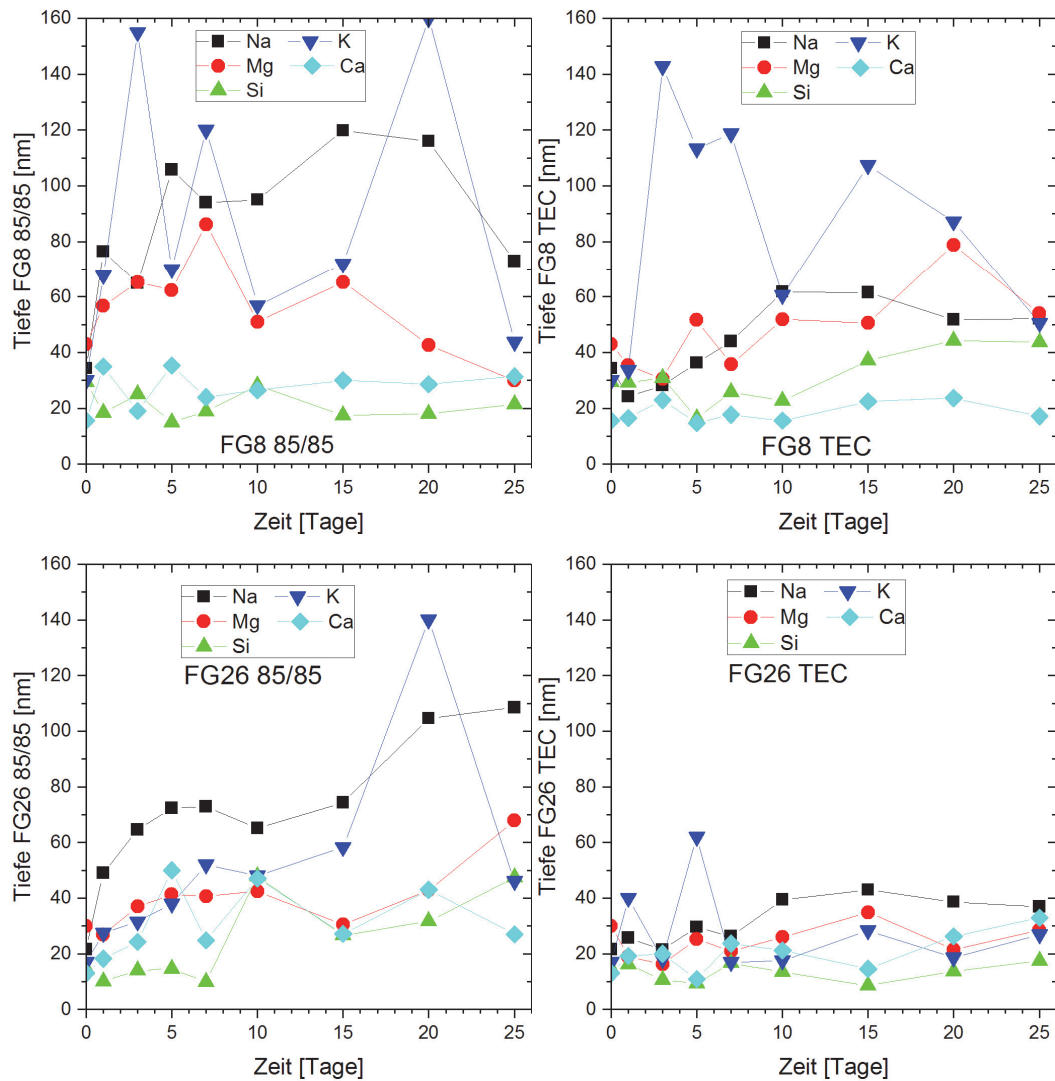


Abbildung 63: Tiefenprofile der Proben FG8 und FG26 nach 1 – 25 Tagen im Klimaschrank. Insgesamt sehr geringe Laugungstiefen zeigt die Probe FG26 nach TEC.

Während Natrium relativ mobil ist und sehr schnell im Korrosionsprozess ausgelaugt wird, ist Magnesium eines der beständigen Ionen im Glas. In Abbildung 64 und Abbildung 65 werden zum Vergleich die Tiefenprofile dieser Ionen im Verlauf der Dauer der Klimaexperimente dargestellt. Die Proben wurden vor der Messung nicht gereinigt, im Messbereich weniger Nanometer Tiefe kann also von Präzipitaten ausgegangen werden, wenn hier eine entsprechende Elementanreicherung vorliegt.

Bei FG8 kommt es nach 85/85 und TEC zu einer Abreicherung von Na an der Oberfläche, die besonders bei TEC sichtbar weiter in die Tiefe voranschreitet. Nach 85/85 zeigt sich hingegen nach 25 Tagen eine Na-Anreicherung im nahen Oberflächenbereich. Diese Anreicherung, vermutlich auf die Bildung von Präzipitaten zurückzuführen, beginnt bei FG26 nach 85/85 bereits andeutungsweise nach 3 Tagen und wird deutlich sichtbar nach 7 Tagen. Sie wandert im weiteren Verlauf „in das Glas hinein“, was für eine zunehmende Veränderung des Bulk-

Glases spricht, während sich dabei außerdem eine alternierende Na-Konzentration einstellt. Es kommt zu einer wellenförmigen Kurve, die Anreicherung und Abreicherung im Wechsel bis etwa in eine Tiefe von 50 nm zeigt. Dem gegenüber steht der Na-Verlauf von FG26 nach TEC, der nur wenig ausgeprägte Abreicherung im oberflächennahen Bereich zeigt, bis nach 25 Tagen ebenfalls eine leicht Na-Anreicherung zu bemerken ist.

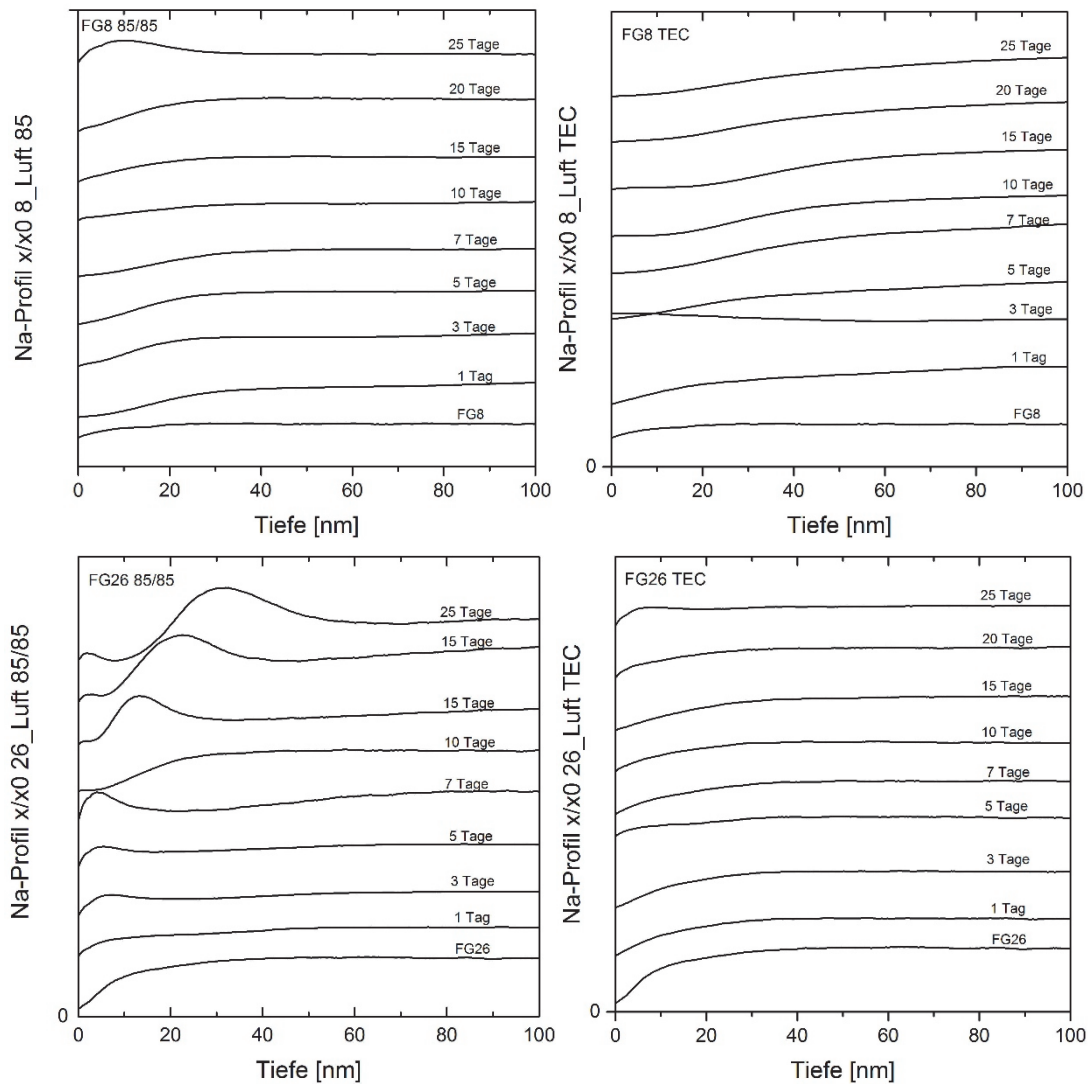


Abbildung 64: Na-Tiefenprofile der Proben FG8 und FG26 im Verlauf des Experiments (85/85 links, TEC rechts).

Mg zeigt bei FG8 eine konstant fortschreitende Abreicherung an der Oberfläche des Glases. Nach TEC scheint sich ab $d = 10$ Tage darüber hinaus eine Anreicherungszone im Bereich von etwa 15 – 30 nm Tiefe zu bilden. Bei FG26 nach TEC zeigt sich ein ähnliches Bild, jedoch ist die Mg-Abreicherungstiefe hier geringer. Ebenfalls ab $d = 10$ Tage scheint sich hier eine Mg-Anreicherungszone zu bilden, die sich zwischen 8 und 15 nm Tiefe befindet. Es

handelt sich vermutlich um eine Anreicherungszone an der Reaktionsfront zwischen der Oberflächenzone des Restglases und der gebildeten Gelschicht, die passivierend wirkt. Ein deutlich abweichendes Bild zeigt auch hier FG26 nach 85/85. Während Mg zunächst abgereichert wird, kommt es nach 10 Tagen zu einer Anreicherung an der Oberfläche, ein Zeichen für die Bildung von Magnesiumsulfaten oder anderen Mg-haltigen Kristallisaten. Nach $d = 15$ Tagen kommt es außerdem zu einer Abreicherung zwischen 10 und 30 nm Tiefe.

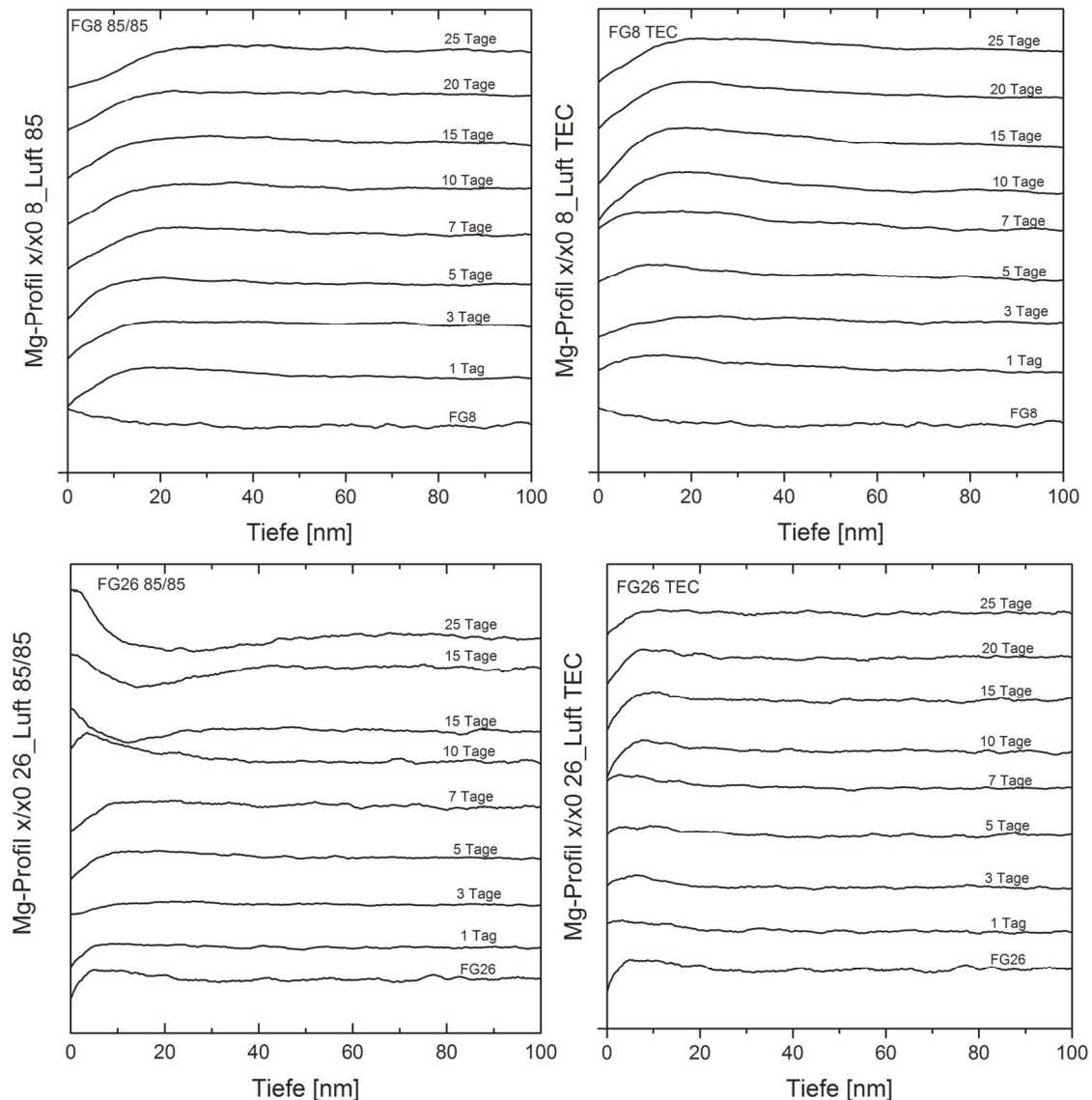


Abbildung 65: Mg-Tiefenprofile der Proben FG8 und FG26 im Verlauf des Experiments (85/85 links, TEC rechts).

Die Konzentration von OH war bei FG26 bereits vor den Experimenten im Bereich bis in eine Tiefe von etwa 50 nm höher als bei FG8. Im Verlauf der Experimente wurde FG8 dann jedoch bis in größere Tiefen hydratisiert als FG26. Nach 85/85 zeigt FG8 eine Hydratisie-

rungstiefe von etwa 300 nm, nach TEC von etwa 100 nm. Auch an der nahen Oberfläche von nur wenigen Nanometern Tiefe scheint eine höhere Hydratisierung nach 85/85 vorzuliegen. Ein ähnliches Bild zeigt FG26, hier geht die Hydratisierung nach 85/85 mit etwa 50 nm ebenfalls tiefer als nach TEC mit lediglich 30 nm. Auch an der nahen Oberfläche ist die OH-Konzentration nach 85/85 höher als nach TEC. Insgesamt ist FG26 deutlich weniger stark hydratisiert als FG8. Eine Zunahme mit der Dauer des jeweiligen Experiments ist nicht eindeutig, tendenziell jedoch minimal vorhanden. Man könnte somit schlussfolgern, dass eine von vornherein erhöhte OH-Konzentration das Glas vor zu starker Hydratisierung schützen kann.

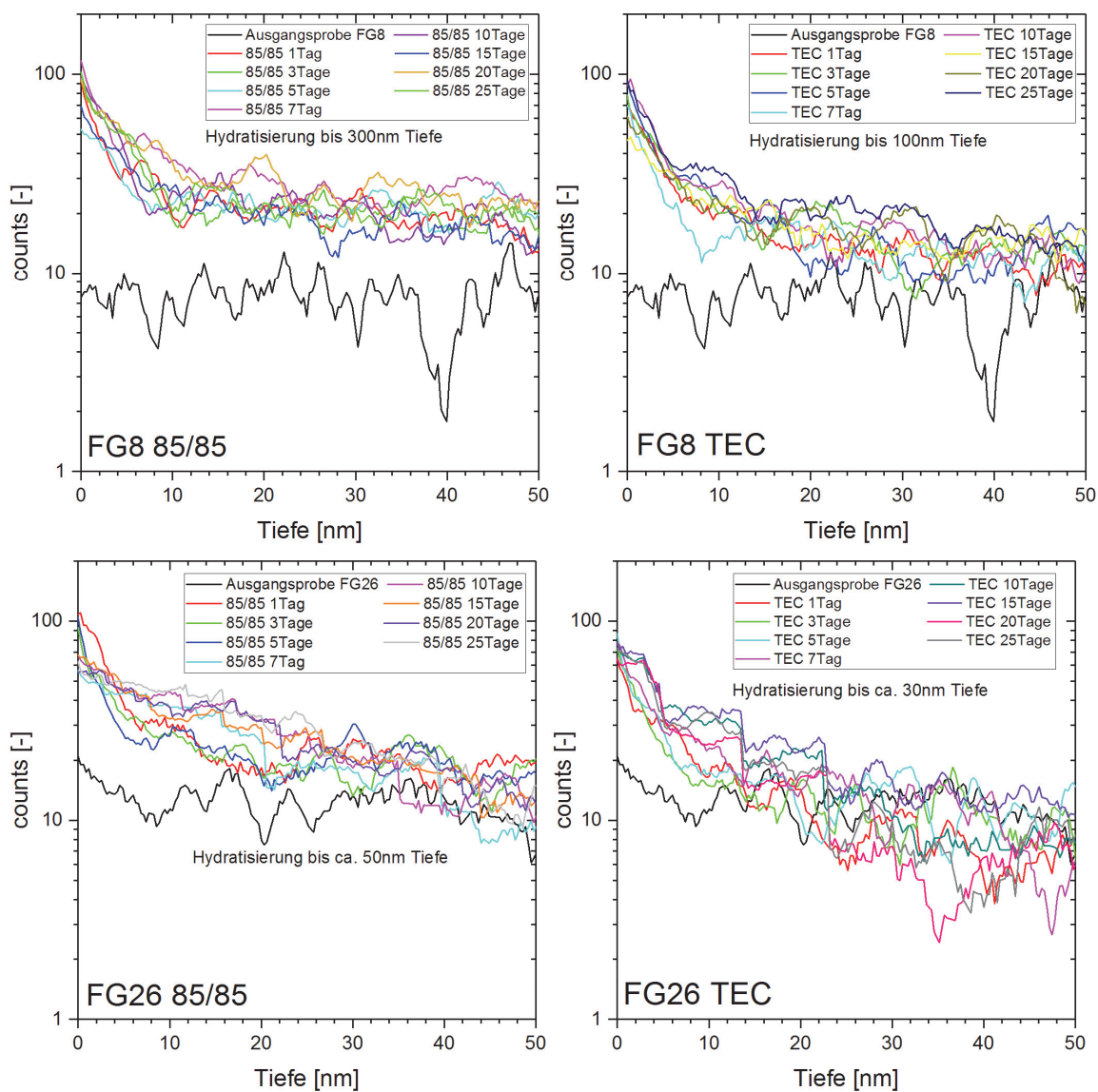


Abbildung 66: Hydratisierungstiefe (OH) der Proben FG8 und FG26 im Verlauf der Experimente im Klimaschrank (Damp-Heat-Test links, zyklischer Kondensationstest rechts) (SNMS-Tiefenprofil).

Die Wasserdiffusion und der Korrosionsprozess sind in Aluminosilicatgläsern entkoppelt, d.h. die Hydratisierung kann bis in höhere Tiefen vordringen als die Auslaugung von mobilen Ionen wie Na, K oder Ca. Die Mobilität von z.B. Na-Ionen wird gehemmt, obwohl Na^+ weniger stark an den AlO_4^- -Tetraeder gebunden ist als an einen Nichtbrückensauerstoff, da kein Ladungsausgleich mit H^+ -Ionen stattfindet (99). Obwohl FG8 mit 1,15 mol% (knapp 2 Gew%) eher einen geringen Aluminiumgehalt aufweist, wird dieser Effekt hier bereits sichtbar. Die Hydratisierungstiefe ist mit 300 nm (85/85) bzw. 100 nm (TEC) deutlich höher als die Laugungstiefe der mobilen Ionen. Bei FG26 ist dies umgekehrt, d.h. die Laugungstiefe ist insbesondere nach 85/85 etwas höher als die Hydratisierungstiefe. Wie bereits beschrieben ist FG26 ein sehr „frisches“ Glas, das nur 2 Monate nach der Herstellung untersucht wurde, während die Lagerungszeit von FG8 völlig unbekannt ist, aber vermutlich bei > 1 Jahr liegt.

4.2.3 Veränderungen auf der Oberfläche

Auf den Glasoberflächen zeigen sich zwei Veränderungen in Bezug auf die Rauheit der Proben. Zum einen kommt es zur sichtbaren Ablagerung von Kristallisaten, die bereits mit bloßem Auge, besonders nach längerer Dauer des Experiments, sichtbar sind (Abbildung 69 und Abbildung 70). Zum anderen bilden sich Strukturen im Nanomaßstab auf der Oberfläche der Gläser nach TEC, besonders deutlich bei FG8, die wahrscheinlich auf die rasch fortschreitende Lösung einwertiger Ionen aus dem Netzwerk durch Tröpfchenbildung zurückzuführen ist (Abbildung 68). Es bleibt also die Frage, wie erfolgreich eine Messung der Rauheit R_a im μm -Maßstab die korrosionsbedingten Veränderungen der Oberfläche darstellen kann, und ob die Ablagerung von Präzipitaten den Mechanismus der Auslaugung von Ionen nicht überlagert. Abbildung 67 zeigt zwar, wie erwartet, eine tendenzielle Zunahme der Rauheit im Verlauf der Zeit, jedoch wird auch der zunehmende Messfehler durch die gebildeten Kristallisate auf der Oberfläche deutlich.

Abbildung 69 und Abbildung 70 zeigen die Oberflächen der Proben FG8 und FG26 im Verlauf der Zeit. Auch hier werden die verschiedenen Korrosionsmechanismen deutlich. FG8 nach 3 Tagen TEC zeigt klar die sphärischen Ablagerungen durch Abtrocknung von Tröpfchen auf der Oberfläche. Nach 85/85 entstehen hingegen gleichmäßig verteilte Neokristallisate, wie bei FG8 nach 20 Tagen 85/85 gut zu sehen ist. Im Hinblick auf die Exposition in normaler Raumluft wird es sich neben Na- und Ca-Carbonaten vermutlich auch um Sulfatverbindungen handeln.

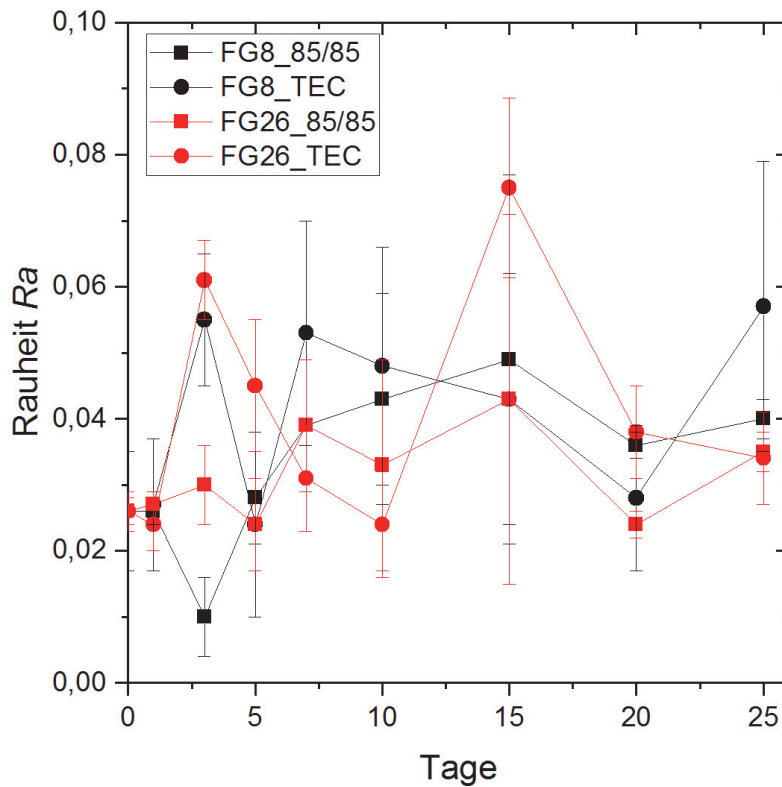


Abbildung 67: Veränderung der Rauheit im Verlauf der Klimaschrankexperimente, FG8 und FG26, Luftseite. Die fehlerbehaftete Messung lässt eine exakte Bestimmung der Rauheit bereits nach kurzer Dauer des Experiments ($d = 3$ Tage) kaum zu. Tendenziell steigt die Rauheit stetig an.

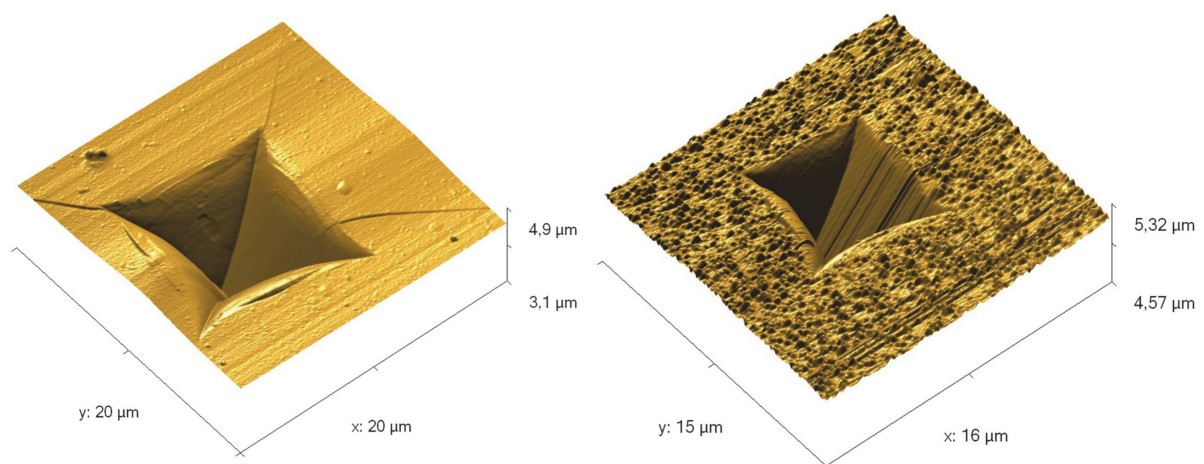


Abbildung 68: Zunahme der Oberflächenrauheit im Nanomaßstab der Probe FG8 nach 7 Tagen TEC (rechts) im Vergleich zu 7 Tagen 85/85 (links) (Messung per AFM, SIS Ultra Objective). Die Erhebungen auf der Oberfläche haben einen ungefähren Durchmesser von 50 – 300 nm.

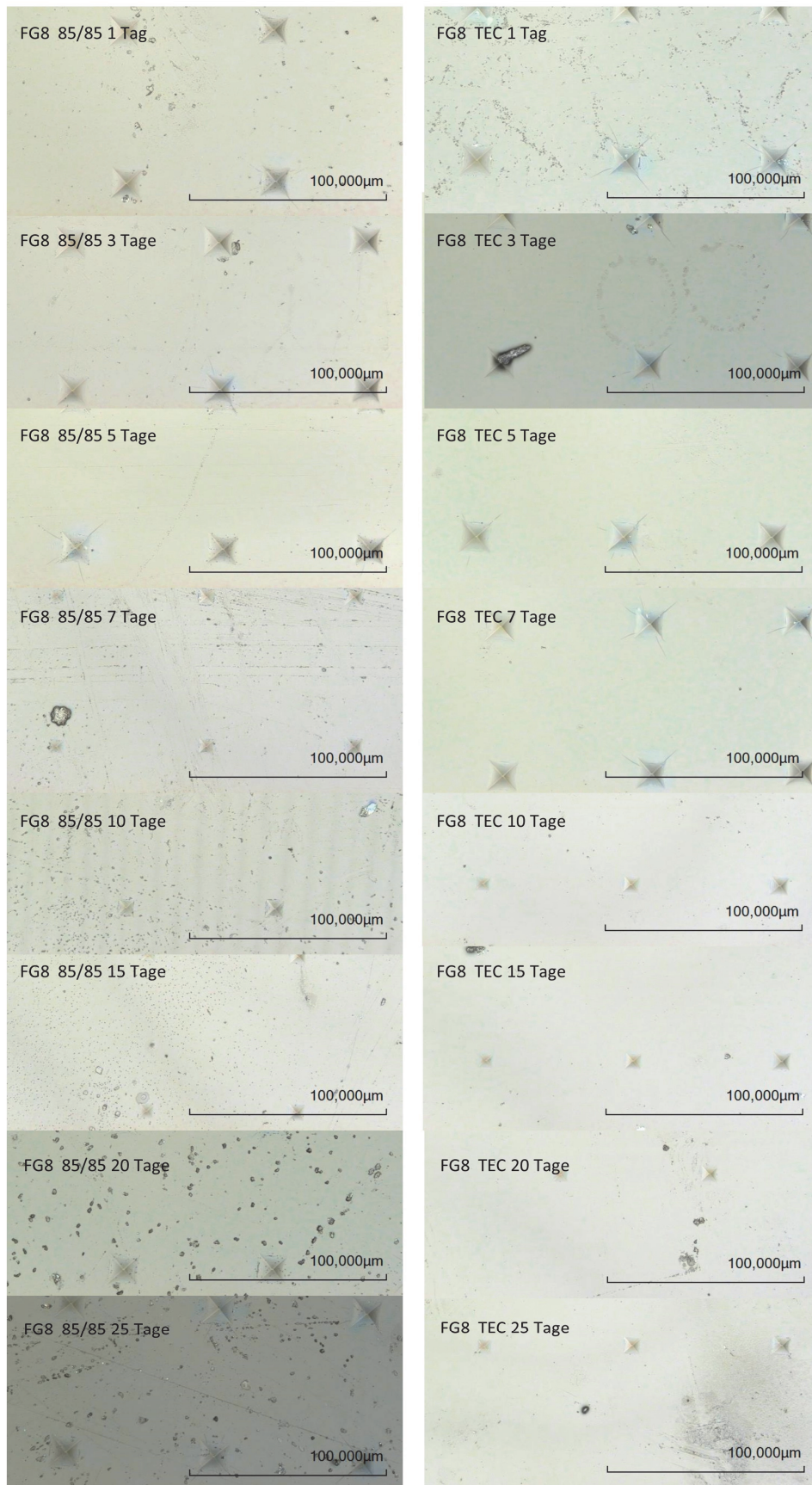


Abbildung 69: Darstellung der Oberfläche von FG8 nach 1, 3, 5, 7, 10, 15, 20 und 25 Tagen im Klimaschrank. Damp-Heat-Test (linke Spalte) und zyklischer Kondensationstest (rechte Spalte).

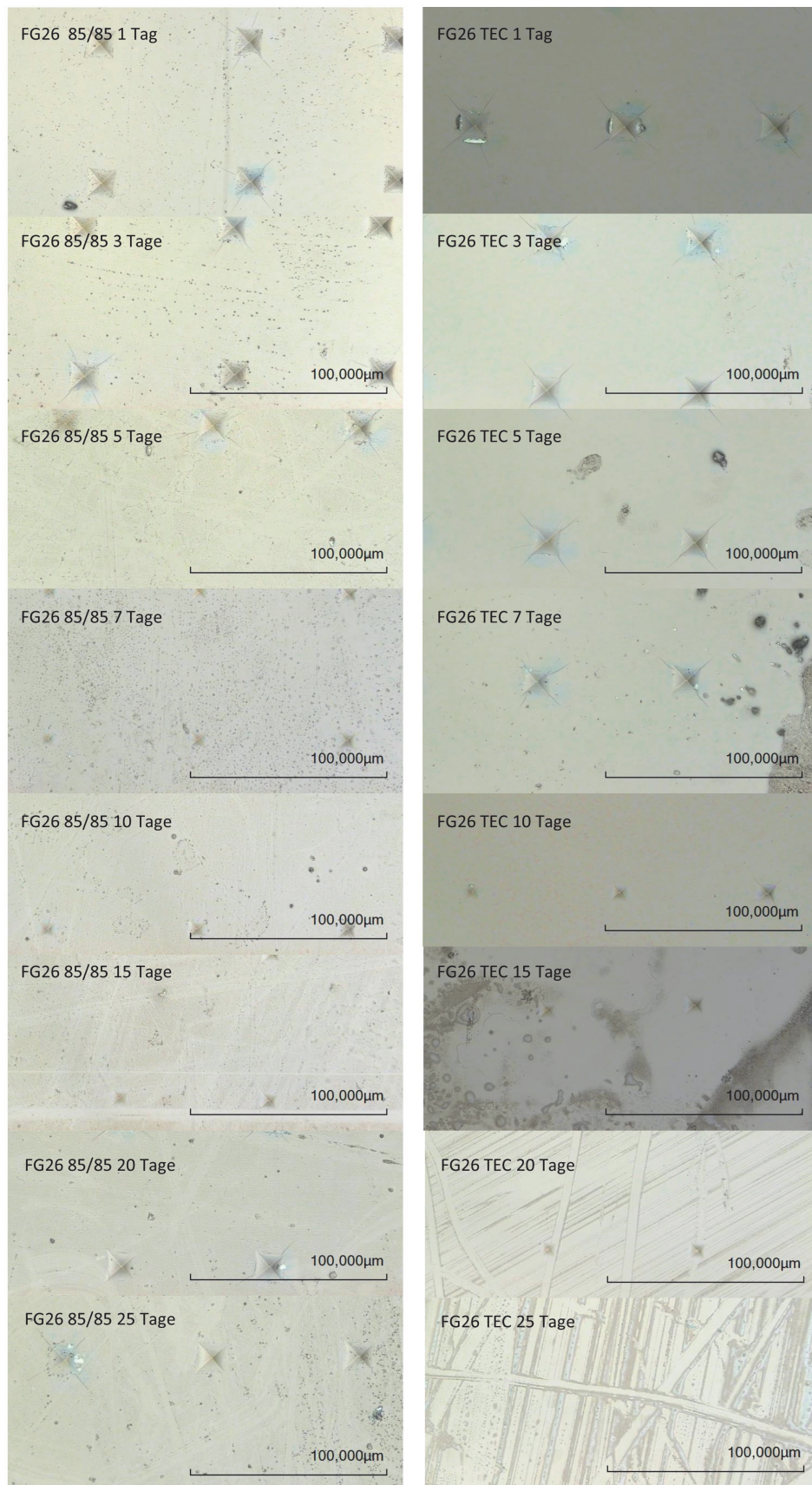


Abbildung 70: Darstellung der Oberfläche von FG26 nach 1, 3, 5, 7, 10, 15, 20 und 25 Tagen im Klimaschrank. Damp-Heat-Test (linke Spalte) und zyklischer Kondensationstest (rechte Spalte).

4.2.4 Veränderungen der optischen Eigenschaften

4.2.4.1 Transmission, Streulicht und Reflexion

Die Transmissivität der Proben verändert sich im Verlauf des Experiments sehr unterschiedlich. Bei beiden Proben wird jedoch ersichtlich, dass der Streulichtanteil nach TEC gegenüber den Proben nach 85/85 deutlich erhöht ist. Dies ist auf die Bildung sehr unterschiedlicher Kristallite und einer Gelschicht an der Oberfläche zurückzuführen, die die Lichtbrechung stark beeinflussen können. Während 85/85 bilden sich gleichmäßig verteilte Neokristallite, anders als durch die Behandlung durch TEC, bei der sich durch abtrocknende Tropfen lokal konkretisierte Präzipitate bilden können. Dies wirkt sich besonders im Bereich niedrigerer Wellenlängen von 400 – 700 nm aus.

FG8 zeigt nach 85/85 keine starke Veränderung der Transmissivität, erst ab $d = 15$ Tage kommt es zu einem stärkeren Abfall auf $T_s = 88,25$ %, jedoch ist auch dieser Wert im Vergleich zur Ausgangsprobe FG8 mit $T_s = 88,99$ % als geringe Einbuße der Transmissivität anzusehen. Der Streulichtanteil steigt im Verlauf jedoch deutlich von $ST_s = 0,9$ % (Ausgangssprobe FG8) auf $ST_s = 3,86$ % ($d = 25$ Tage).

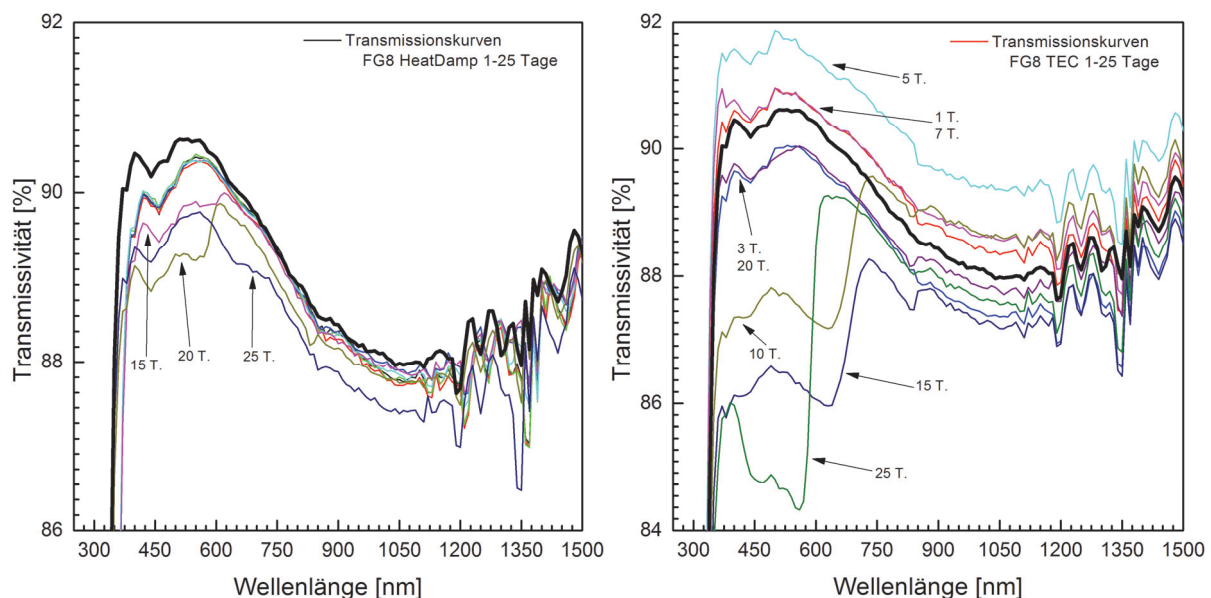


Abbildung 71: Vergleich der Veränderung der Transmissionskurven der Probe FG8. 85/85 (links) und zyklischer Kondensationstest auf TEC (rechts). Die unbehandelte Ausgangsprobe FG8 ist fett (schwarz) dargestellt.

Anders sieht dies nach TEC aus, hier steigt T_s nach $d = 5$ Tage kurzzeitig auf > 90 % an, schwankt im weiteren Verlauf und zeigt bei $d = 25$ Tage schließlich einen Wert von

$T_s = 87,14 \%$, ist also deutlich stärker verringert im Vergleich zur Ausgangsprobe FG8. Der Streulichtanteil steigt stetig bis auf $5,14 \%$ bei $d = 25$ Tage (vergl. Abbildung 71 und Abbildung 72).

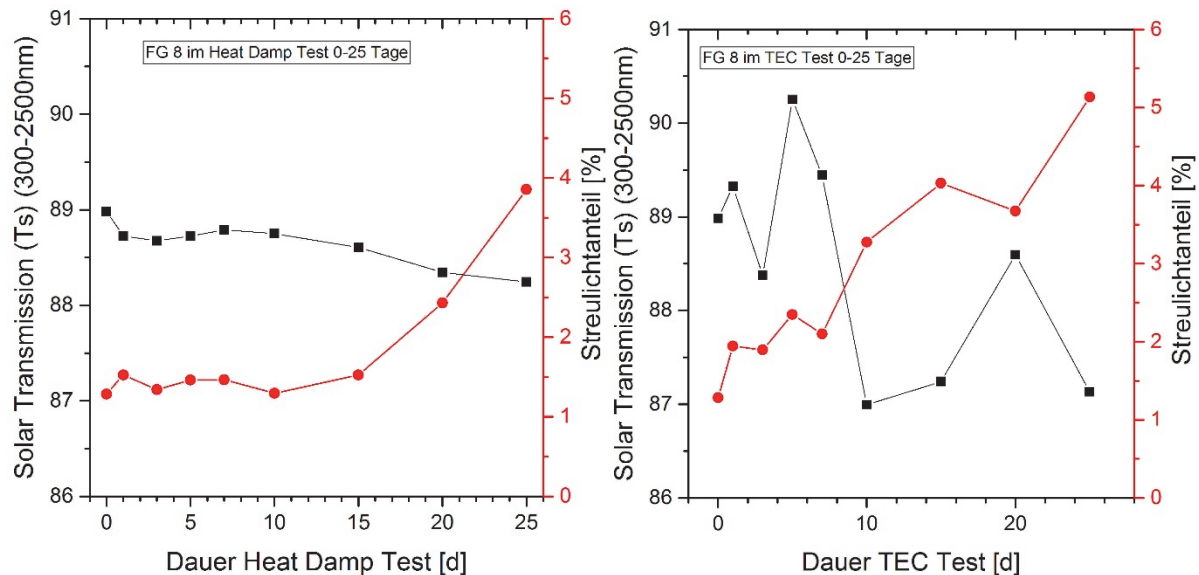


Abbildung 72: Vergleich der Veränderung der solaren Transmission und des Streulichts der Klimaschrankschrankexperimente für Probe FG8. 85/85-Test (links) und zyklischer Kondensationstest auf TEC (rechts).

FG26 zeigt nach 85/85 eine nahezu konstante Transmissivität, geringe Schwankungen liegen im Bereich der Messungenauigkeit. Ab $d = 10$ Tage steigt T_s konstant an und liegt über der Ausgangsprobe mit $T_s = 90,20 \%$. Der Streulichtanteil steigt im Verlauf von $ST_s = 1,17 \%$ (Ausgangsprobe FG26) auf $ST_s = 4,12 \%$ bei $d = 25$ Tage. Nach TEC ist T_s hingegen starken Schwankungen unterworfen, Gründe hierfür wurden bereits genannt. Eine eindeutige Tendenz ist nicht auszumachen, T_s fällt auf die niedrigsten Werte bei $d = 10$ Tage auf $88,30 \%$ sowie bei $d = 20$ Tage auf $88,41 \%$. Den höchsten Streulichtanteil finden wir bei $d = 15$ Tage mit $ST_s = 6,46 \%$. FG26 zeigt im Vergleich mit FG8 geringere Variation in den Messungen, keinen Transmissionsabfall nach 85/85 und weniger starken Transmissionsverlust nach TEC (vergl. Abbildung 73 und Abbildung 74).

Auch in Hinblick auf die Reflexion unterscheiden sich die beiden Proben, wie Abbildung 75 zeigt. Die Reflexion ist bei der Ausgangsprobe FG8 grundsätzlich höher als bei Ausgangsprobe FG26, was mit der entsprechend unterschiedlichen Transmissivität korreliert. Bei FG8 steigt die Reflexion nach 85/85 bei $d = 1$ Tag bis $d = 5$ Tage auf den höchsten Wert von $R = 10,19 \%$ an, fällt daraufhin aber wieder ab bis bei $d = 10$ Tage der niedrigste Wert von $R = 9,20 \%$ erreicht wird. Im weiteren zeitlichen Verlauf kommt es zum erneuten Anstieg der

Reflexion. FG26 zeigt nach 85/85 von $d = 1$ Tag bis $d = 5$ Tage einen ähnlichen Verlauf mit leicht ansteigender Reflexion, fällt dann aber gleichmäßiger ab bis auf $R = 8,97\%$ bei $d = 25$ Tage.

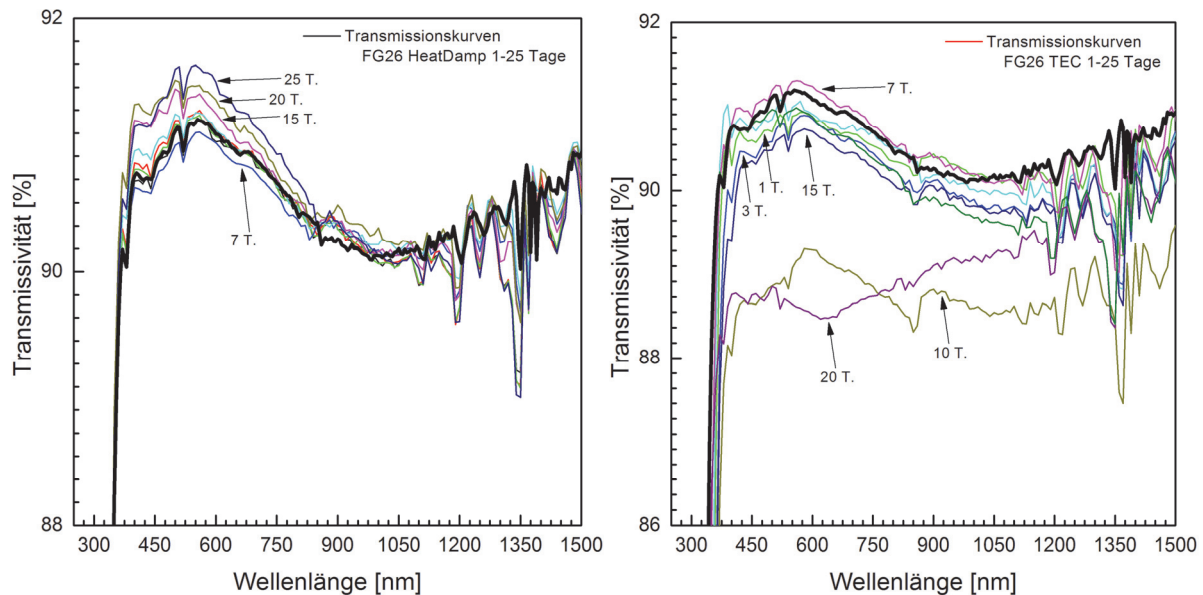


Abbildung 73: Vergleich der Veränderung der Transmissionskurven der Probe FG26. 85/85-Test (links) und zyklischer Kondensationstest auf TEC (rechts). Die unbehandelte Ausgangsprobe FG26 ist fett (schwarz) dargestellt.

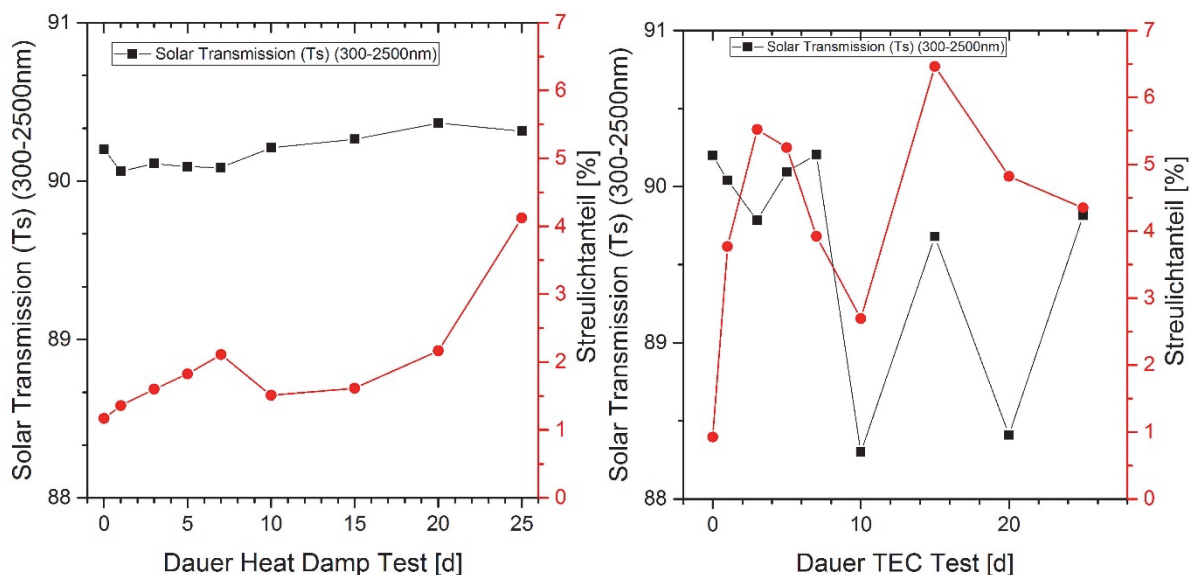


Abbildung 74: Vergleich der Veränderung der solaren Transmission und des Streulichts der Klimaschrankexperimente für Probe FG26. 85/85-Test (links) und zyklischer Kondensationstest auf TEC (rechts).

Nach TEC zeigt sich ein Verlauf mit deutlich größeren Schwankungen, nach $d = 1$ Tag, $d = 5$ Tage und $d = 10$ Tage fällt die Reflexion stark bis auf Werte teils $< 8,5\%$ ab, während

alle weiteren Werte sich kaum von denen nach 85/85 unterscheiden. FG8 zeigt einen weniger stark alternierenden Verlauf nach TEC, hier liegt der Wert bei $d = 1$ Tag, $d = 3$ Tage, $d = 5$ Tage, $d = 7$ Tage und $d = 25$ Tage unter dem nach 85/85, letzterer fällt stark auf $R = 9,16\%$ ab. Die abnehmende Reflexion steht mit der steigenden Oberflächenrauheit in Zusammenhang, kann aber auch ein Ausdruck der sich bildenden Gelschicht auf der Oberfläche und der damit veränderten Lichtbrechung sein. Die stärkeren Schwankungen nach TEC sind vermutlich auch auf die ungleichmäßig verteilte Bildung von Neokristalliten durch das Abtrocknen der Tropfen zurückzuführen.

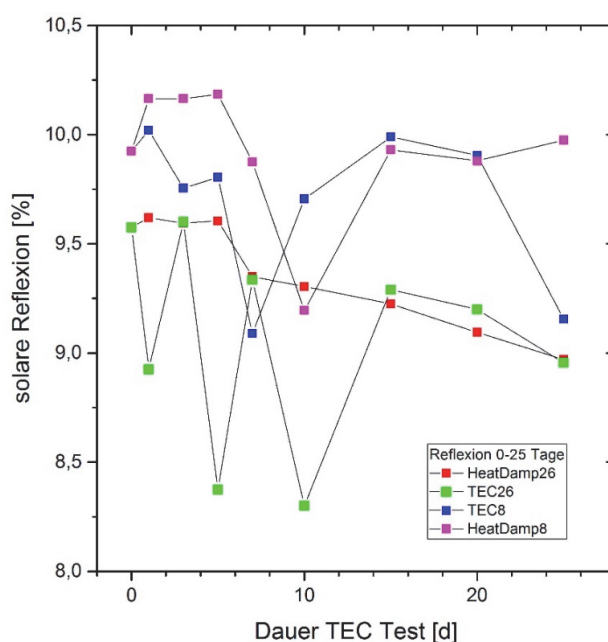


Abbildung 75: Vergleich der solaren Reflexion der Proben FG8 und FG26 nach Damp-Heat-Test und zyklischem Kondensationstest im Klimaschrank. Die Reflexion von FG8 liegt (bis auf zwei Ausnahmen) stets deutlich höher als bei FG26.

4.2.4.2 FT-IRRS

Eine Abflachung bzw. Bandverschiebung von TO_3 zu höheren Wellenlängen bei 1075 cm^{-1} zeigt die Bildung von Silicat-reichen Formationen an (26). Darüber hinaus bildet sich durch Hydratisierung die Gelschicht auf der Oberfläche des Glases, die Reaktion $\text{Si-O-Si} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{ Si-OH}$ läuft ab (18). Hiermit verbunden ist eine geringere Intensität der LO_3 -Bande bei 1200 cm^{-1} , bis diese nahezu verschwindet und der Bereich lediglich noch eine Schulter der TO_3 -Bande anzeigt. Dieses Phänomen zeigt sich bei FG26 nach TEC als einzige der Proben im Experiment. Dies deckt sich mit Abbildung 70, die besonders nach 20 und 25 Tagen eine regelrecht schmierige Schicht auf der Oberfläche aufweist, die durch Transport

und Aufbewahrung in entsprechenden Probenbüchsen Wischspuren zeigt. Abbildung 77 zeigt diese Gelschichtbildung am deutlichsten nach $d = 15$ Tagen, jedoch ist davon auszugehen, dass bei $d = 20$ und $d = 25$ Tagen lediglich die nur wenige Nanometer dicke Gelschicht leicht abgerieben war und somit das Bulk-Glas mitgemessen wurde. Insgesamt lässt sich bei allen Proben beobachten, dass die LO_3 -Bande zurückgeht und TO_3 zu einem Plateau abflacht. FG8 zeigt diese Abflachung nach TEC etwas deutlicher als nach 85/85. Des Weiteren nimmt die Rauheit im Verlauf der Zeit zu, was durch geringere Reflexion angezeigt wird. Die Reflexionsintensität nimmt auch hier im zeitlichen Verlauf auf Grund steigender Oberflächenrauheit ab, lediglich FG8 nach 7 Tagen 85/85 zeigt eine höhere Reflexionsintensität. Diese Probe hatte ebenfalls im UV/Vis-Spektrogramm die höchste Reflexion (vergl. Abbildung 75).

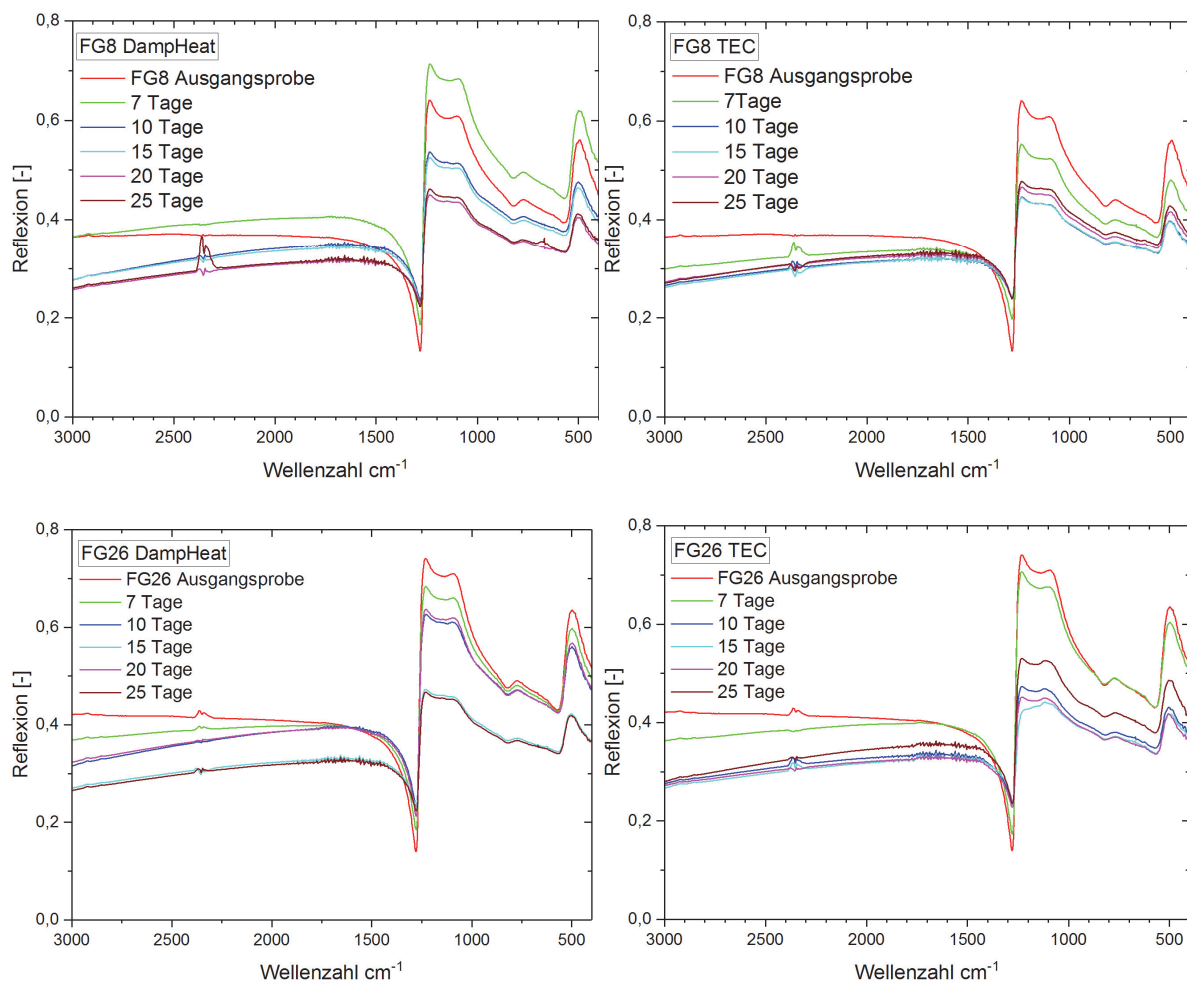


Abbildung 76: Veränderungen im FT-IR-Spektrogramm der Proben FG8 (Damp-Heat-Test oben links, zyklischer Kondensationstest auf TEC oben rechts) und FG26 (Damp-Heat-Test unten links, zyklischer Kondensationstest auf TEC unten rechts).

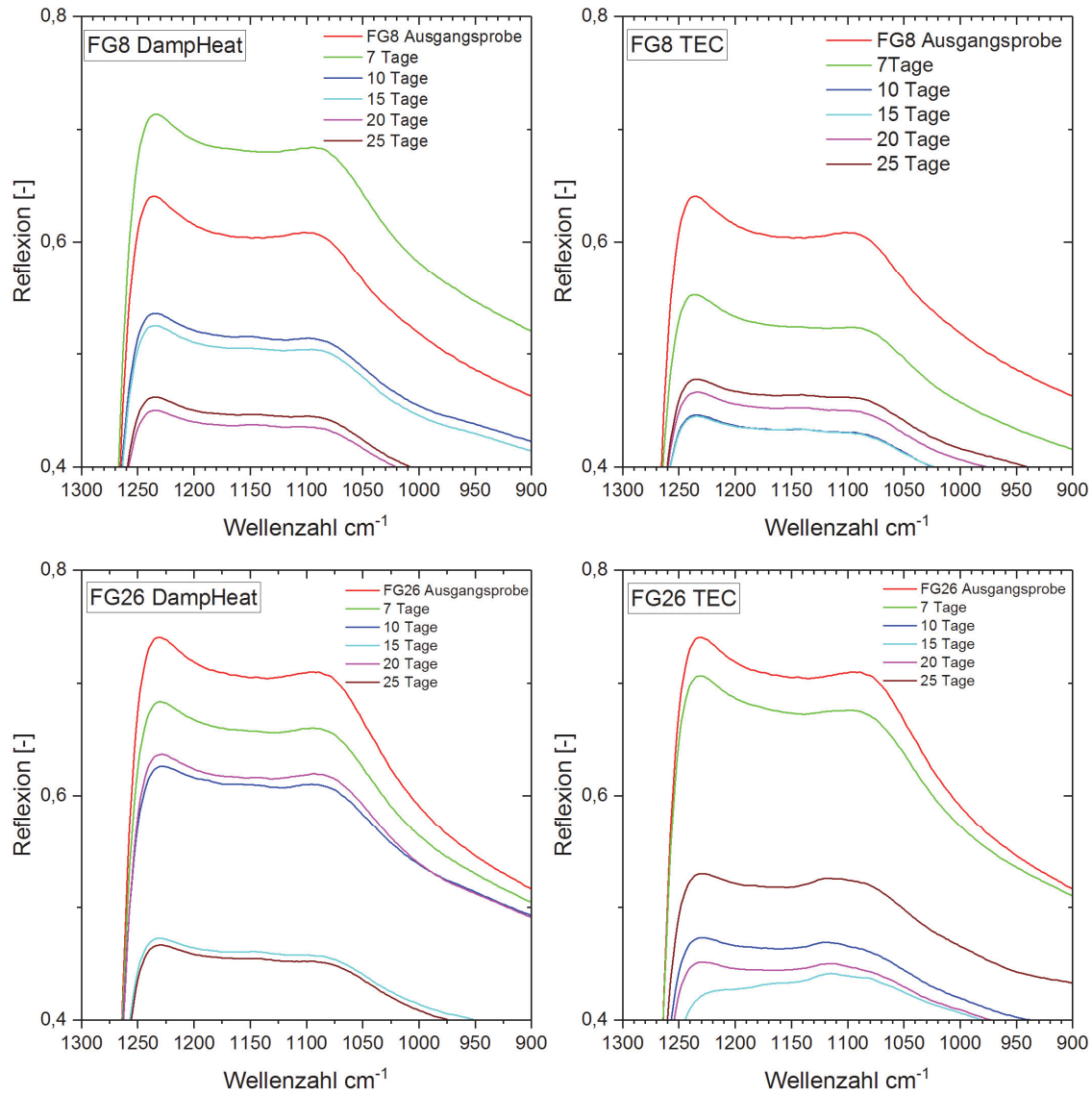


Abbildung 77: TO₃-Fingerprint Bereich der Gläser FG8 und FG26 im FT-IRRS-Spektrum nach 85/85-Test (links) sowie TEC-Test (rechts) im Klimaschrank nach $d = 7 - 25$ Tage. FG26 zeigt nach TEC die Abflachung der TO₃-Bande bis zu einer Schulter sowie teils sehr starke Abnahme der LO₃-Bande.

4.3 Langzeitexperiment: 500 Tage in Lösung und Dampf

4.3.1 Probenauswahl für das Langzeitexperiment

Für das Langzeitexperiment über 500 Tage wurden die Proben FG1, FG8, FG9 und FG10 ausgewählt. Diese Auswahl aus dem Pool der Ausgangsgläser wurde auf Grund unterschiedlicher Zusammensetzung bzw. der Verhältnisse der wichtigsten glasbildenden Oxide getroffen (vergl. Tabelle 7). FG8 hat sowohl den höchsten Gehalt an SiO_2 mit fast 73,05 mol% als auch an Al_2O_3 mit 1,15 mol%. Dafür ist der Gehalt an CaO in Probe FG8 mit 7,48 mol% eher gering im Vergleich zu FG9 mit 10,91 mol% CaO . Einen hohen Anteil an MgO weist Probe FG1 mit 5,75 mol% auf, während FG10 die höchsten Gehalte an Na_2O (14,06 mol%) und SO_3 (0,29 mol%) aufweist.

Tabelle 7: Zusammensetzung der Proben FG1, FG8, FG9 und FG10 (gemessen per La-ICPMS).

ProbenNr.	SiO_2	Na_2O	CaO	MgO	Al_2O_3	K_2O	SO_3
	mol%	mol%	mol%	mol%	mol%	mol%	mol%
FG1	70,24	13,71	9,63	5,750	0,48	0,01	0,19
FG8	73,05	13,16	7,48	4,96	1,15	0,01	0,18
FG9	72,68	13,15	10,91	2,70	0,35	0,08	0,14
FG10	72,42	14,06	10,17	2,71	0,33	0,02	0,29

Die Beschriftung der Gläser gibt sowohl Probennummer als auch Lösung und Temperatur wieder. Einige Beispiele: Die Probe 8D60 entspricht dem Glas FG8, das in deionisiertem Wasser (D) bei 60 °C eingelagert wurde. 1M20 ist die Probe FG1 bei 20 °C in Meerwasser (M) eingelagert, 9S4 die Probe FG9 bei 4 °C in Sulfatlösung (S) eingelagert usw. Bei den mit der Zahl 40 beschrifteten Gläser handelt es sich um die bei 85 °C eingelagerten Proben.

4.3.2 Zustand der Gläser nach 500 Tagen

Die erste Inaugenscheinnahme nach Beendigung des Experiments zeigt gut sichtbare Veränderungen auf der Probenoberfläche, besonders bei höheren Temperaturen. Nach der Einlagerung in deionisiertem Wasser zeigt sich bei 4 °C und 20 °C so gut wie keine deutliche Veränderung des Glases, lediglich auf FG10 wurde in der Lösungszone ein leichter milchiger Schleier sichtbar (vergl. Abbildung 78). Interessanterweise zeigen alle Proben bei 60 °C besonders in der Dampfzone starke Krustenbildung, während in der Lösungszone eher eine

leichte milchige Trübung zu erkennen ist. Besonders deutlich tritt dies bei Probe FG8 hervor, welche im Grunde gar keine Trübung respektive Inkrustierung in der Lösungszone zeigt. Dieses Bild kehrt sich bei einer Temperatur von 85 °C nahezu konsequent um. Bei allen Proben scheint die Krustenbildung nun vermehrt im Lösungsbereich stattzufinden, während die Dampfzone besonders bei FG1 und FG8 lediglich eine Trübung aufweist. FG9 und FG10 zeigen in Dampf- und Lösungszone sowohl Inkrustierung als auch Trübung.

Ganz anders ist das Bild nach der Einlagerung in künstlichem Meerwasser (vergl. Abbildung 79). Hier zeigt sich bereits eine deutliche Trübung im Lösungsbereich bei 4 °C und 20 °C bei allen Proben. Besonders ab 20 °C ist ebenfalls eine deutliche Trübung in der Dampfzone zu erkennen, lediglich FG8 zeigt sich bei beiden Temperaturen noch augenscheinlich klar in diesem Bereich. Bei 60 °C zeigen FG1, FG9 und FG10 eine starke Inkrustierung in der Dampfzone, die das Glas nahezu weiß erscheinen lässt, während in der Lösungszone eher von einer milchigen Trübung gesprochen werden kann. Probe FG8 hingegen zeigt nur sehr wenig Korrosionsfolgen im Dampfbereich. Während der Unterschied zwischen den Korrosionsbedingungen und ihren Folgen bei 60 °C sehr augenfällig ist, kann man dies bei 85 °C nicht mehr ausdrücklich behaupten. Die Trübungen bzw. Inkrustationen sind in beiden Zonen jeweils sehr ähnlich ausgeprägt, wobei FG8 im Gegensatz zu den anderen Proben eine sehr wolkg-flockige Inkrustierung aufweist, während die anderen Gläser eher gleichmäßig rau und getrübt erscheinen. Dies gilt ebenso für die Proben, die bei 105 °C im Autoklaven eingelagert und komplett von Lösung bedeckt waren.

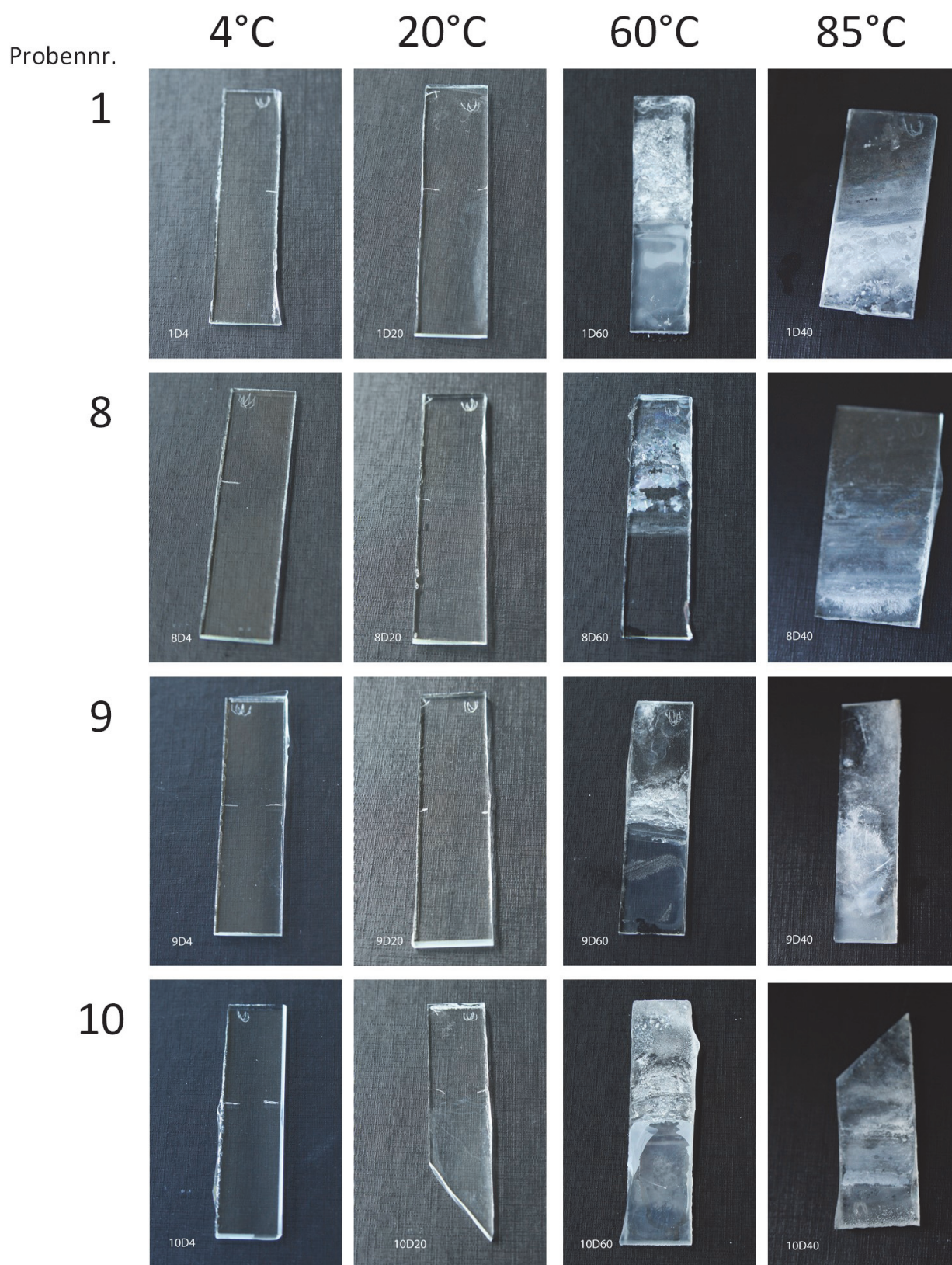


Abbildung 78: Zustand der Gläser nach 500 Tagen Einlagerung in deionisiertem Wasser (obere Hälfte des Glases in Dampfphase, untere Hälfte in Lösung)

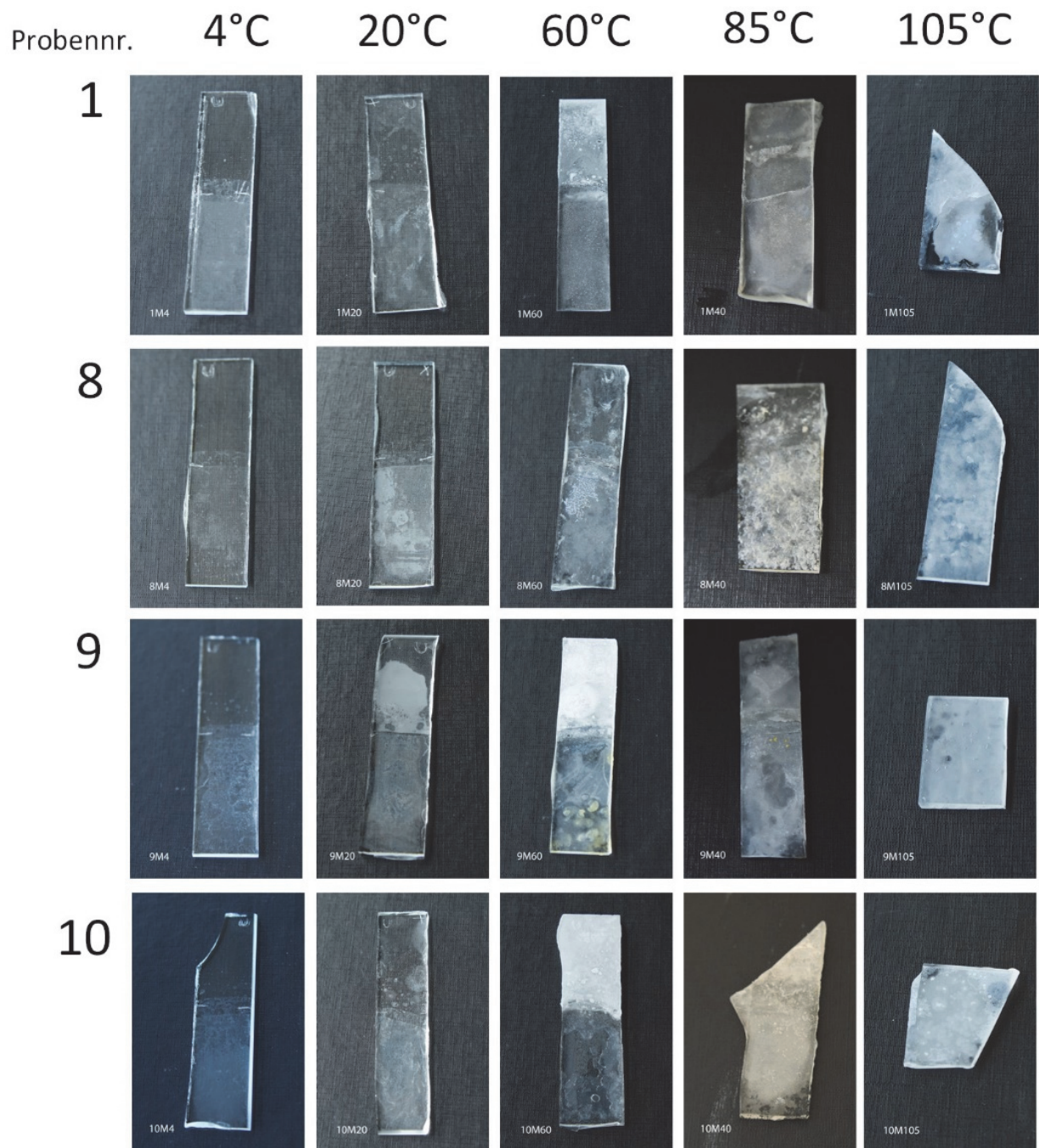


Abbildung 79: Zustand der Gläser nach 500 Tagen Einlagerung in synthetischem Meerwasser (obere Hälfte des Glases in Dampfphase, untere Hälfte in Lösung. Lediglich die 105°C Proben im Autoklaven waren komplett mit Wasser bedeckt.).

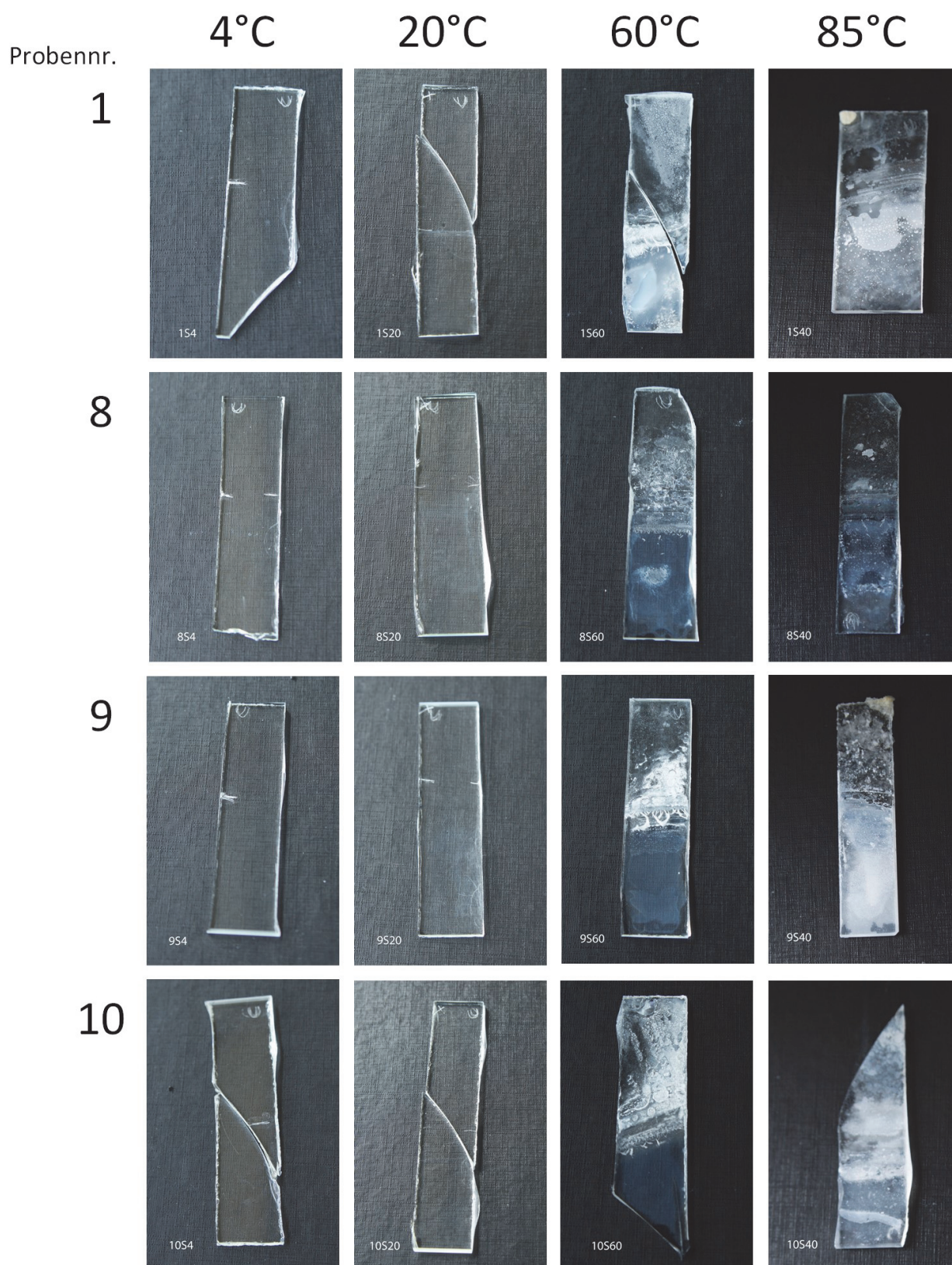


Abbildung 80: Zustand der Gläser nach 500 Tagen Einlagerung in Natriumsulfatlösung (obere Hälfte des Glases in Dampfphase, untere Hälfte in Lösung)

Ähnlich wie die Proben in deionisiertem Wasser sehen auch die Gläser aus der Natriumsulfatlösung aus. Bei 4 °C und 20 °C ist kaum eine Trübung zu erkennen, nur leicht milchige Schleier zeigen FG8 und FG9 bei 20 °C in der Lösungszone. FG9 und FG10 zeigen bei 60 °C starke Inkrustationen in der Dampfzone und eine gleichmäßig erscheinende, milchige Oberfläche in der Lösungszone. Bei FG8 sind die Inkrustationen in der Dampfzone etwas weniger stark ausgeprägt. FG1 zeigt eine ausgeprägte Trübung in der Lösungszone und Inkrustationen mittlerer Stärke in der Dampfzone. Bei 85 °C zeigt FG8 in beiden Zonen die geringsten sichtbaren Folgen der Korrosion. FG9 ist hingegen in der Lösungszone stark korrodiert und erscheint weiß. Nur etwas weniger korrodiert zeigen sich FG1 und FG10 in der Lösungszone, in der Dampfzone weisen diese Proben ebenfalls eine deutliche Trübung auf. FG9 zeigt in der Dampfzone eine flockige, leicht gelbliche Korrosionstrübung.

Bei allen Proben war vor der Einlagerung das Gewicht bestimmt worden, um nach der Dauer des Experiments eine mögliche Gewichtsveränderung erkennen zu können. Direkt nach Entnahme aus dem Probengefäß wurde jede Probe mit Hilfe von Druckluft oberflächlich getrocknet und anschließend gewogen. Obwohl mit entsprechender Vorsicht und Abstand zur Probe gearbeitet wurde, ließen sich einige nur noch locker auf dem Glas aufliegende Krusten hierbei entfernen. Eine zweite Gewichtsmessung erfolgte 3 Monate später, nachdem alle Proben im Ultraschallbad von weiteren, nicht in fester Verbindung zum Glas stehenden Krusten und Schichten gereinigt wurden ($t = 5 \text{ min.}$) und eine Trocknungszeit von 3 Monaten bei üblichem Raumklima ($21 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ sowie $40 \text{ \%rF} \pm 5 \text{ \%}$) durchlaufen konnten. Bereits vor der Reinigung im Ultraschallbad zeigten alle Gläser der Probe FG9, die bei 60 °C eingelagert worden waren, einen deutlichen Materialverlust in Form von weißen Inkrustationen, flachen Stückchen und pulverförmigem Material von einem Gewicht bis zu 0,55 g (Probe 9M60).

Abbildung 81 zeigt die Gewichtsveränderungen des Probenmaterials im Vergleich zum Ausgangsgewicht. Es wird deutlich, dass bei 4 °C und 20 °C bei keiner der Proben messbare Änderungen des Gewichts zu finden sind, die leichten Schwankungen liegen jeweils im Rahmen der Messungenauigkeit der Waage. Anders sieht es bei 60 °C aus: Bei allen Proben kommt es nach Einlagerung in künstliches Meerwasser zunächst zu einer Gewichtszunahme und nach 3 Monaten schließlich im Gegensatz dazu zu einem Gewichtsverlust. Besonders ausgeprägt ist dies bei FG10, hier kommt es zunächst zu einer Gewichtszunahme von 3,17 % und schließlich zu einem Gewichtsverlust im Vergleich zur Ausgangsprobe von 5,71 %, was einer Gesamtgewichtsveränderung nach dem Experiment von insgesamt 8,88 % entspricht. Die beiden übrigen Lösungen verursachen bei FG8, FG9 und FG10 eher geringe Gewichtsschwankungen bei 60 °C, lediglich FG8 zeigt nach 3 Monaten einen Gewichtsverlust bei allen

Lösungen sowie FG10 einen Gewichtsverlust bei deionisiertem Wasser. FG1 hingegen weist eine Zunahme des Probengewichts nach Einlagerung in deionisiertem Wasser auf, während es nach Einlagerung in die Natriumsulfatlösung zu einem Gewichtsverlust kommt. Bei beiden Lösungen kommt es zu einem Gewichtsverlust nach 3 Monaten Trocknungszeit. Diese Effekte sind jedoch sehr gering und unterstreichen, dass FG1 die Probe mit der insgesamt geringsten Gewichtsabweichung im Experiment ist. Die größte Gesamtgewichtsveränderung liegt hier bei 105 °C lediglich bei 1,43 %. Bei 85 °C Zeigen alle Proben ein ähnliches Bild, nämlich fast konsequent einen Gewichtsverlust bei allen Messungen. Ausgenommen sind hier lediglich FG8 und FG9 in deionisiertem Wasser. In Anhang C.1 Tabelle 27 sind alle Ergebnisse der Probenwägung ausführlich dargestellt.

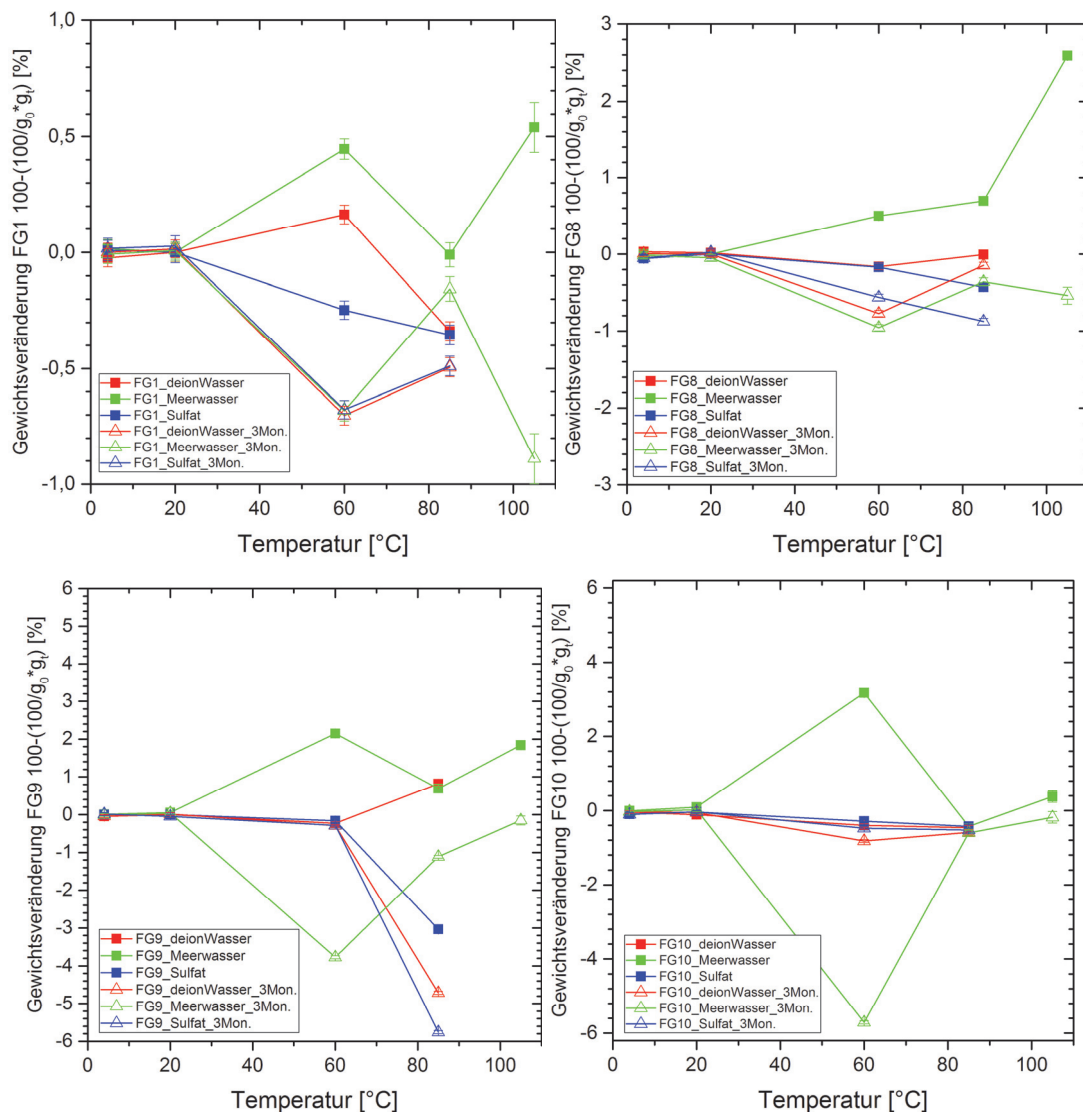


Abbildung 81: Gewichtsveränderung der Proben nach dem Langzeitexperiment über 500 Tage in drei verschiedenen Lösung. Die erste Messung erfolgte direkt nach Entnahme aus den Probengefäßen und Trocknung per Druckluft (gefüllte Punkte), die zweite Messung nach einer Reinigung im Ultraschallbad und 3 Monaten Trocknungszeit (ungefüllte Punkte).

4.3.3 pH-Werte der Lösungen und gelöste Ionen

Die pH-Werte der Lösungen liegen zu Beginn des Experiments bei jeweils $\text{pH} = 5,9$ für deionisiertes Wasser respektive für die Natriumsulfatlösung, sowie bei $\text{pH} = 7,5$ beim künstlichen Meerwasser. Bei allen Proben kommt es im Verlauf bis 60°C zu einem pH-Wert-Anstieg der beiden erstgenannten Lösungen bis hin zu $\text{pH} = 10$ (FG10 in deionisiertem Wasser). Bei den Proben FG1, FG8 sowie FG10 zeigt sich dann bei 85°C ein Abfall des pH-Wertes auf $\text{pH} = 8,4$ bis $\text{pH} = 9,7$. Anders ist dies bei FG9, hier steigt der Wert für die Natriumsulfatlösung auf $\text{pH} = 10,3$ weiter an (vergl. Abbildung 82 und Abbildung 83).

Das künstliche Meerwasser hingegen zeigt bei allen Proben einen eher geringen Anstieg bis zu einer Temperatur von 20°C auf $\text{pH} = 7,9$ und fällt dann wiederum bei allem Proben konsequent in den sauren Bereich bei 105°C ab. Bei FG1 wird der niedrigste Wert von $\text{pH} = 5,4$ bei 105°C erreicht. Damit verläuft die pH-Wert-Kurve des künstlichen Meerwassers bei höheren Temperaturen $> 20^\circ\text{C}$ nahezu entgegengesetzt zu den Kurven des deionisierten Wassers bzw. der Natriumsulfatlösung. Während das Meerwasser bei 85°C einen pH-Wert im neutralen Bereich aufweist und somit zum Ausgangswert nur geringfügig variiert, ist dieser bei den beiden anderen Lösungen im alkalischen Bereich $> \text{pH} = 8$ zu finden.

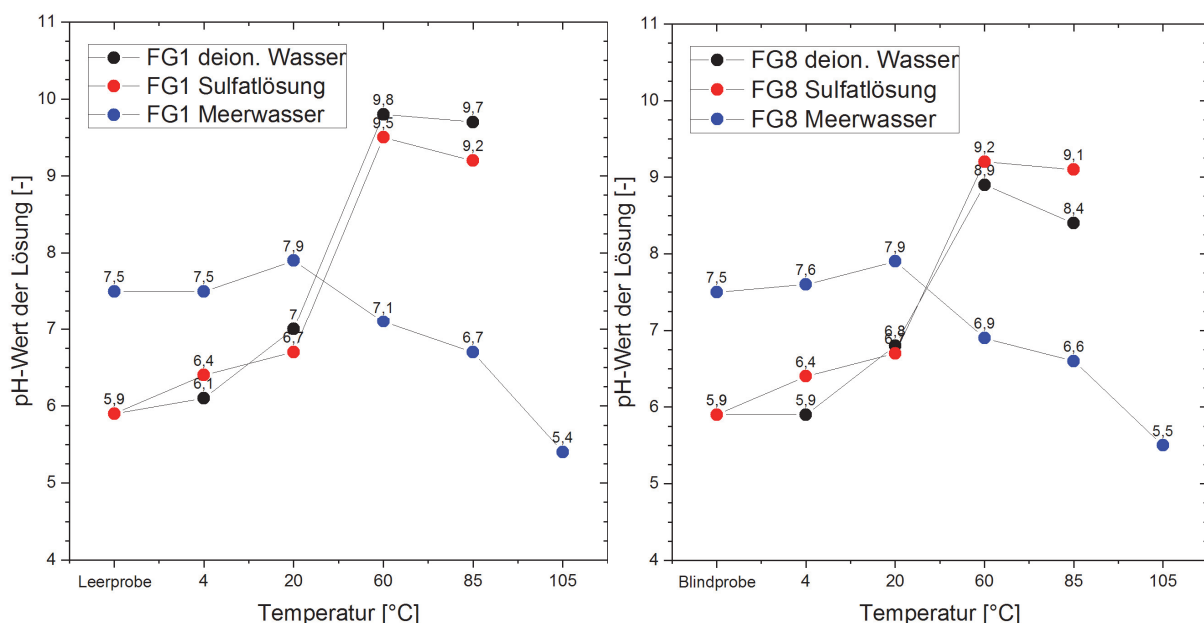


Abbildung 82: pH-Wert-Änderung der Lösungen der Probe FG1 (links) und FG8 (rechts) bei den verschiedenen Temperaturen, gemessen nach 500 Tagen. Im Meerwasser zeigt sich ein deutlicher pH-Wert-Abfall bei Temperaturen $> 20^\circ\text{C}$.

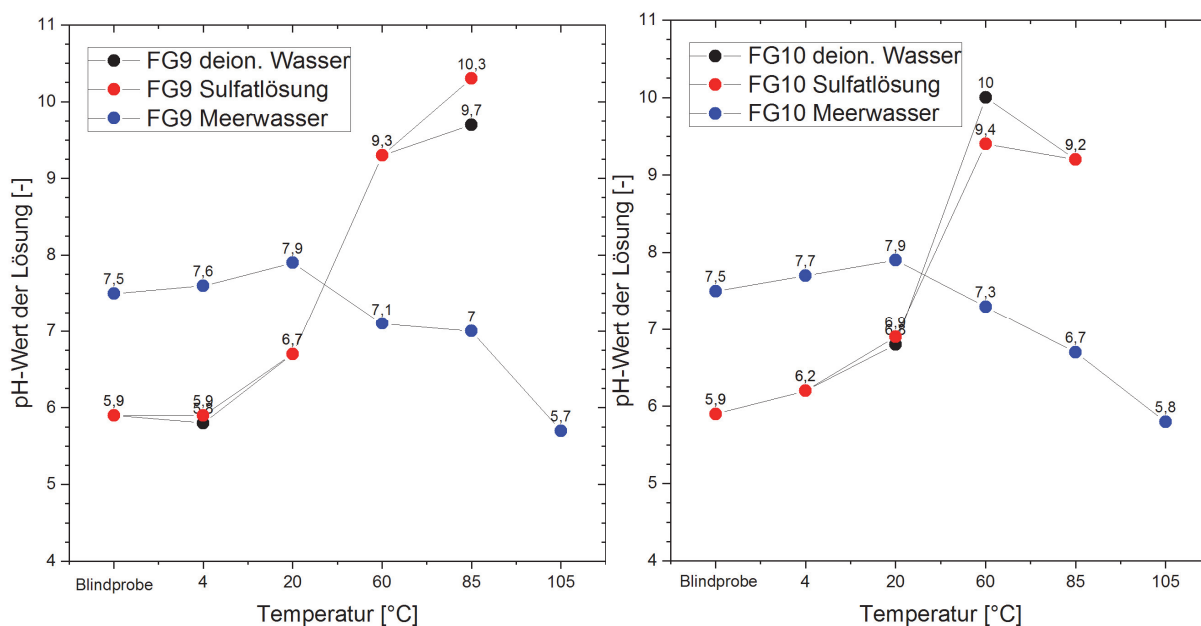


Abbildung 83: pH-Wert-Änderung der Lösungen der Probe FG9 (links) und FG10 (rechts) bei den verschiedenen Temperaturen, gemessen nach 500 Tagen. Im Meerwasser zeigt sich ein deutlicher pH-Wert-Abfall bei Temperaturen > 20 °C.

Neben dem pH-Wert der Lösungen wurden auch die extrahierten Ionen aus den Gläsern per ICP-OES bestimmt (vergl. auch Anhang C.4 Tabelle 30). Bei niedrigeren Temperaturen von 4 °C und 20 °C zeigen sich in deionisiertem Wasser zunächst nur sehr geringe Anteile an gelösten Ionen. Die logarithmische Darstellung in der Abbildung 84 erlaubt auch die Verdeutlichung von sehr geringen Konzentrationsänderungen, wie etwa die des Kaliums. Bei allen vier untersuchten Proben kommt es bei $t = 20$ °C zu einem Abfall der K-Konzentration im Vergleich zu $t = 4$ °C. Die größte Differenz zeigt hier FG8 mit $c_K = 0,27$ mg/l für $t = 4$ °C und $c_K = 0,02$ mg/l für $t = 20$ °C, die weiteren Proben bewegen sich lediglich im Bereich von $\Delta c_K = 0,03$ mg/l. Alle weiteren Ionen zeigen im Verlauf von 4 °C zu 20 °C einen Anstieg in ihrer Konzentration, wenn er auch häufig nur gering ausfällt.

Ein anderes Bild zeigt sich bei den höheren Temperaturen. Hier wird deutlich, dass bei $t = 60$ °C einige Ionen in ihrer höchsten Konzentration in der Lösung vorliegen, bei FG10 ist dies bei allen untersuchten Ionen der Fall. Bei FG1 steigt die Konzentration von Na sowie K bei 85 °C noch weiter an, bei FG8 sind es Na, Ca und K, während bei FG9 außer Mg alle Ionen in ihrer Löslichkeit bei 85 °C im Vergleich zu 60 °C zunehmen. Beim Langzeitexperiment im Meerwasser lässt sich ein allgemeiner Trend bei allen Proben beobachten: Während die Konzentrationen von Na, Ca und K im Temperaturverlauf im Vergleich zur Blindprobe (reine Lösung ohne Glasprobe) abnehmen, ist bei Mg, Si und SO_4 eine Konzentrationszunahme zu beobachten. Natürlich gibt es aber auch hier einige Besonderheiten und Ausnahmen bei den vier Proben.

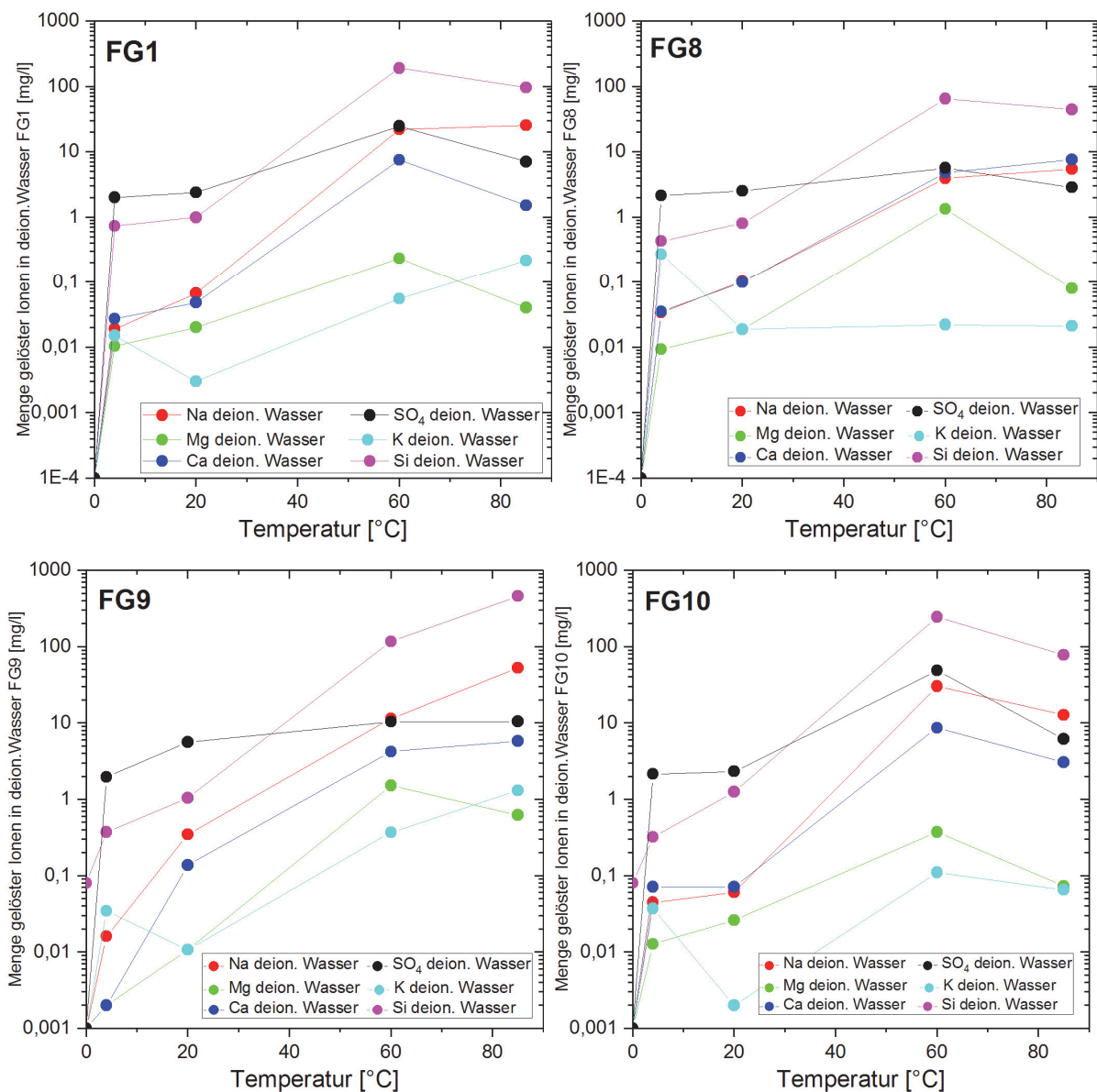


Abbildung 84: Gelöste Ionen der Proben FG1, FG8 FG9 und FG10 in deionisiertem Wasser, eingelagert über 500 Tage bei verschiedenen Temperaturen.

Abbildung 85 zeigt, dass FG1 von allen Proben dieses Versuches den höchsten Gehalt an Si mit 90,98 mg/l bei 105 °C in der Lösung hat. Den geringsten Si-Gehalt bei ebendieser Temperatur weist FG8 mit 15,86 mg/l auf, zeigt jedoch die höchste Konzentration in der Lösung bei 60 °C mit 46,59 mg/l. FG8 weist ebenso wie FG9 und FG10 bei 60 °C die geringste Konzentration an SO₄ auf, die sich etwa im Bereich des Wertes der Blindprobe bewegt, während FG1 mit 1654 mg/l die höchste SO₄-Konzentration im Temperaturverlauf bei 60 °C aufweist. Alle vier Proben haben außerdem bei 4 °C und 20 °C den geringsten Gehalt an Ca in der Lösung. Das Experimentsetting bei 105 °C muss gesondert betrachtet werden, da hier das einzige Mal unter Vakuum (im Autoklaven) und oberhalb des Siedepunk-

tes gearbeitet wurde. Abgesehen von diesem Wert wird deutlich, dass fast alle Proben bei 60 °C einen „Knick“ in den Messwerten aufweisen, d. h. es liegt entweder ein Maximum oder ein kurzzeitiger Abfall der Konzentration vor. Lediglich bei FG1 scheint dieser Effekt nicht aufzutreten.

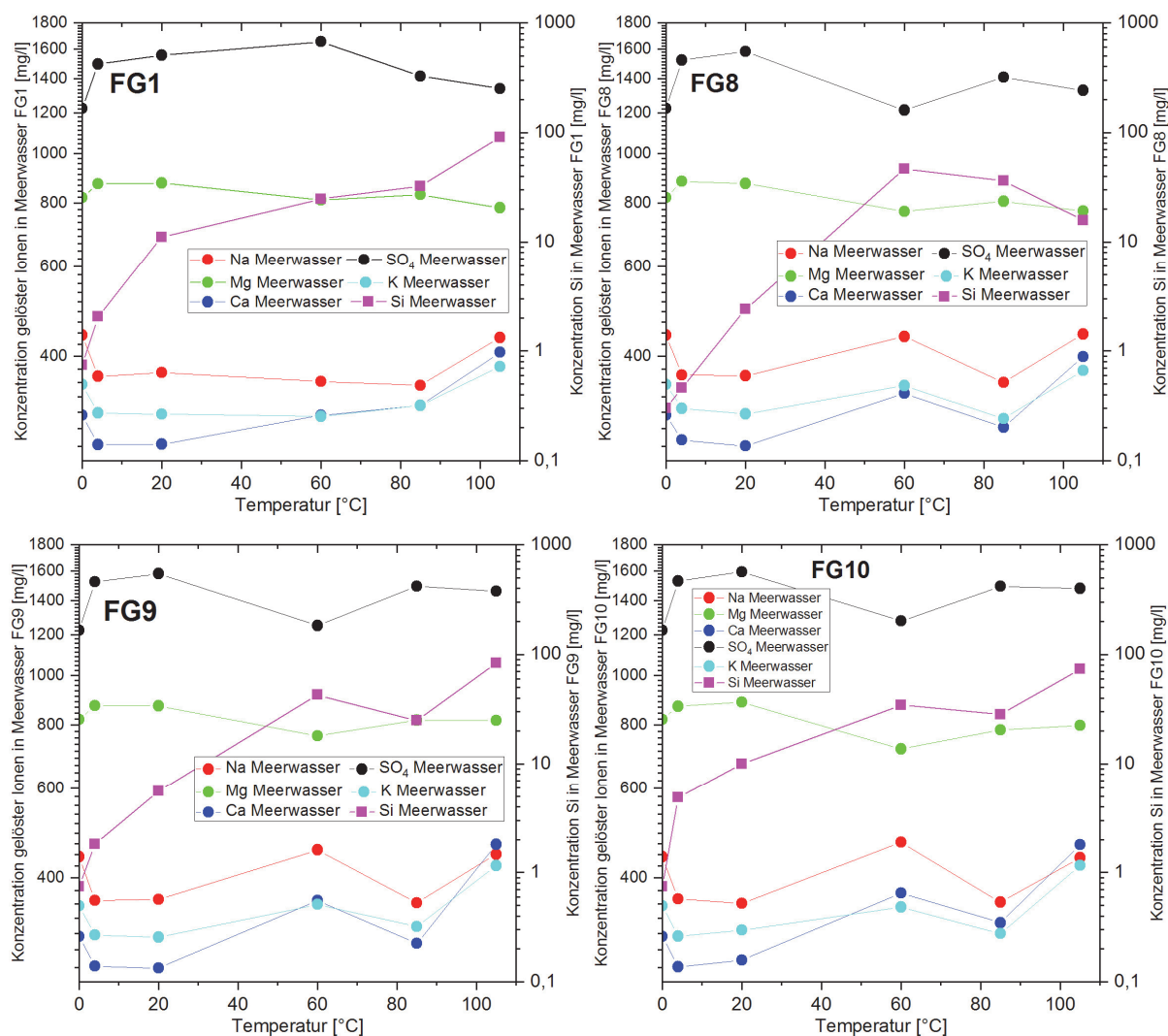


Abbildung 85: Gelöste Ionen der Proben FG1, FG8 FG9 und FG10 in künstlichem Meerwasser, eingelagert über 500 Tage bei verschiedenen Temperaturen.

In Sulfatlösung sehen wir zunächst einen ähnlichen Kalium-Verlauf wie in deionisiertem Wasser, d. h. nach einem höheren Wert bei 4 °C fällt die Konzentration bei 20 °C bei allen Proben wieder ab. Auch bezüglich der weiteren Ionen zeigt sich ein ähnlicher Verlauf wie bei deionisiertem Wasser. Probe FG9 zeigt erneut die höchsten Konzentrationen aller Ionen bei $t = 85$ °C, einzige Ausnahme bildet hier SO₄, das bereits bei $t = 4$ °C sein Maximum erreicht hat und bei erhöhter Temperatur wieder abfällt. Auch alle weiteren Proben erreichen bereits

bei 4 °C ihre höchste SO_4 -Konzentration. Vergleicht man mit der Löslichkeit in deionisiertem Wasser, fällt eine deutlich erhöhte Konzentration an gelösten Ca-Ionen in der Sulfatlösung ins Auge. Während die Ca-Konzentration in deionisiertem Wasser im Bereich von 1,52 bis 7,58 mg/l liegt, findet man in Sulfatlösung deutlich höhere Werte zwischen 11,99 und 16,06 mg/l.

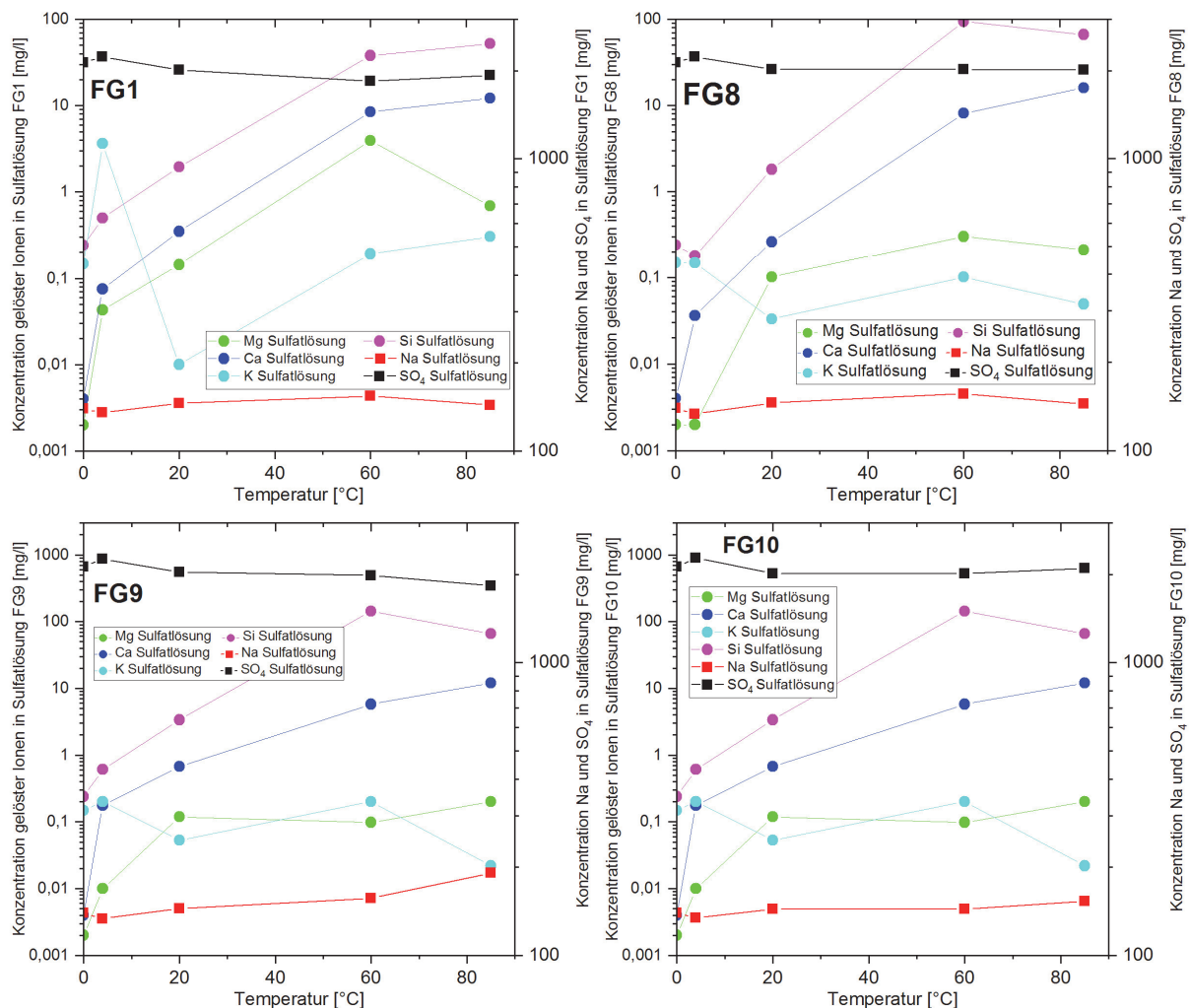


Abbildung 86: Gelöste Ionen der Proben FG1, FG8 FG9 und FG10 in Natriumsulfatlösung, eingelagert über 500 Tage bei verschiedenen Temperaturen.

Im zeitlichen Verlauf findet eine Netzwerkauflösung und somit eine Freisetzung von Si-Ionen erst nach der Auslaugung der Alkaliionen statt. Eine hohe Konzentration von Si ist somit ein deutliches Zeichen für den Fortschritt der Korrosion und die Auflösung des Glases. Abbildung 87 zeigt, dass bei Temperaturen von 4 °C und 20 °C noch sehr wenig Si in der Lösung zu finden ist. Den höchsten Wert finden wir hier bei FG1 in Meerwasser bei 20 °C mit 11,08 mg/l. Während die Netzwerkauflösung in Meerwasser nun eher langsam voranschreitet, kommt es hingegen in deionisiertem Wasser und der Sulfatlösung zu einer starken

Freisetzung von Si-Ionen bei 60 °C. Besonders deutlich wird dies bei FG10 mit 445,39 mg/l in deionisiertem Wasser. Die höchsten Werte bei 85 °C erreicht FG9 in Sulfatlösung mit 445,39 mg/l sowie in deionisiertem Wasser mit 458,77 mg/l. Bei FG8 scheint die Si-Löslichkeit insgesamt am geringsten ausgeprägt zu sein, außerdem ist es die einzige Probe im Experiment, bei der die Freisetzung in Sulfatlösung höher ist als in deionisiertem Wasser. Die Stabilität des Glases lässt sich mit dem höheren Gehalt an Al_2O_3 erklären.

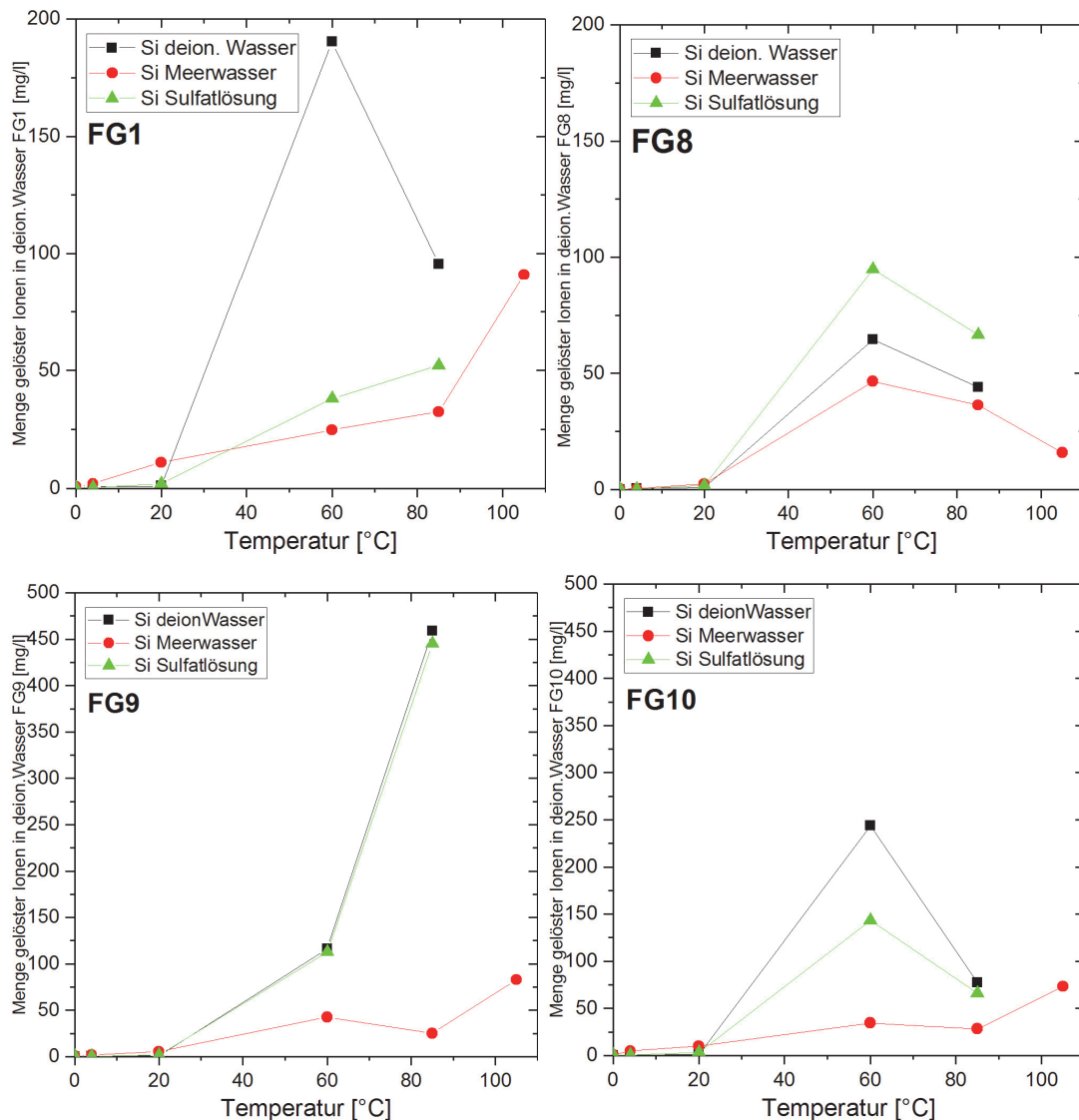


Abbildung 87: Si-Ionen in den Lösungen der Proben FG1, FG8, FG9 und FG10 nach Beendigung des Langzeitexperiments bei verschiedenen Temperaturen.

Es gibt einen klaren Zusammenhang zwischen der Netzwerkauflösung und dem pH-Wert der jeweiligen Lösung, denn während dieser bei FG9 als einziger auch bei 85 °C weiter auf $\text{pH} > 10$ steigt und nicht wie bei den anderen Proben abfällt, ist auch die Si-Konzentration in der Lösung deutlich höher als bei den anderen Proben. Wie bereits unter Absatz 1.4

beschrieben, kommt es durch Autokondensation zur Freisetzung von alkalischem NaOH, was eine Erhöhung des pH-Wertes bewirkt. Ab $\text{pH} = 9$ ist die Netzwerkauflösung und Si-Freisetzung der bestimmende Parameter der Korrosion.

4.3.4 Darstellung der Oberflächenveränderungen durch 3D-Lasermikroskopie und Rasterelektronenmikroskopie mit EDX Analyse

Besonders die Proben, die bei Temperaturen von 60 °C, 85 °C und 105 °C eingelagert wurden, zeigen deutliche Oberflächenveränderungen in Form von Rissen, Abplatzungen, Präzipitaten und Kristallbildungen. Durch Lösung von atmosphärischen Gasen wie SO_4 und CO_2 kommt es nach Unterschreitung des spezifischen Löslichkeitsproduktes zur Abscheidung bzw. Ausfällung von Salzen, die wiederum als Präzipitate auf der Oberfläche in Form eines opaken Belags sichtbar werden. Durch Quell- und Schrumpfdynamik stark hydratisierter Oberflächenschichten kommt es außerdem zu Rissbildungen und Abplatzung auf der Glasoberfläche. In den so entstandenen Rissen und Zwischenschichten kann es zu einer Eigendynamik der Korrosion mit lokalen pH-Wertänderungen der Lösung kommen, da es zu keinem oder nur geringem Austausch mit der Gesamtlösung kommt. Durch Keimbildung kann es zur Kristallisation von Aggregaten kommen, deren Ausprägung lokal sehr begrenzt ist und die somit nur punktuell auftreten und zu einer veränderten bzw. verstärkten Korrosion führen können. Eine Darstellung aller Proben befindet sich im Anhang C Abbildung 133 bis Abbildung 144.

Grundsätzlich kann man sagen, dass eine große Anzahl potentieller Verwitterungsprodukte auf den Glasoberflächen entstehen können. Die Varietäten der Zusammensetzung bzw. der Kristallstrukturen sind dabei, wie bereits erwähnt, von den spezifischen Faktoren des Bildungsortes abhängig. Zusammengefasst handelt es sich aber zu großen Teilen hauptsächlich um Carbonate wie Calcit und Aragonit, außerdem Sulfate wie Gips, darüber hinaus auch Phosphate (z.B. Apatit) und Silicate (z.B. Glimmer). Sulfate entstehen in dieser Arbeit im Zusammenhang mit der verwendeten Natriumsulfatlösung, unter natürlichen Bedingungen sind sie jedoch, ebenso wie Nitratverbindungen, auf Luftverunreinigungen durch Verbrennungsrückstände zurückzuführen.

In der Literatur häufig beschriebene Kristallisate in diesem Zusammenhang sind Syngenit ($\text{K}_2\text{Ca}(\text{SO}_4)_2 \times \text{H}_2\text{O}$), Gips/Anhydrit ($\text{CaSO}_4 \times 2\text{H}_2\text{O}/\text{CaSO}_4$), Arcanit/Mercurit ($\text{K}_2\text{SO}_4/\text{KHSO}_4$) (100) (101), Thenardit/Mirabilit ($\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) (54) (101), Halit (NaCl), Sylvit (KCl), Natriumcarbonat/Soda ($\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{Na}_2\text{CO}_3 \times \text{H}_2\text{O}$) und Kaliumcarbonat (K_2CO_3) (100).

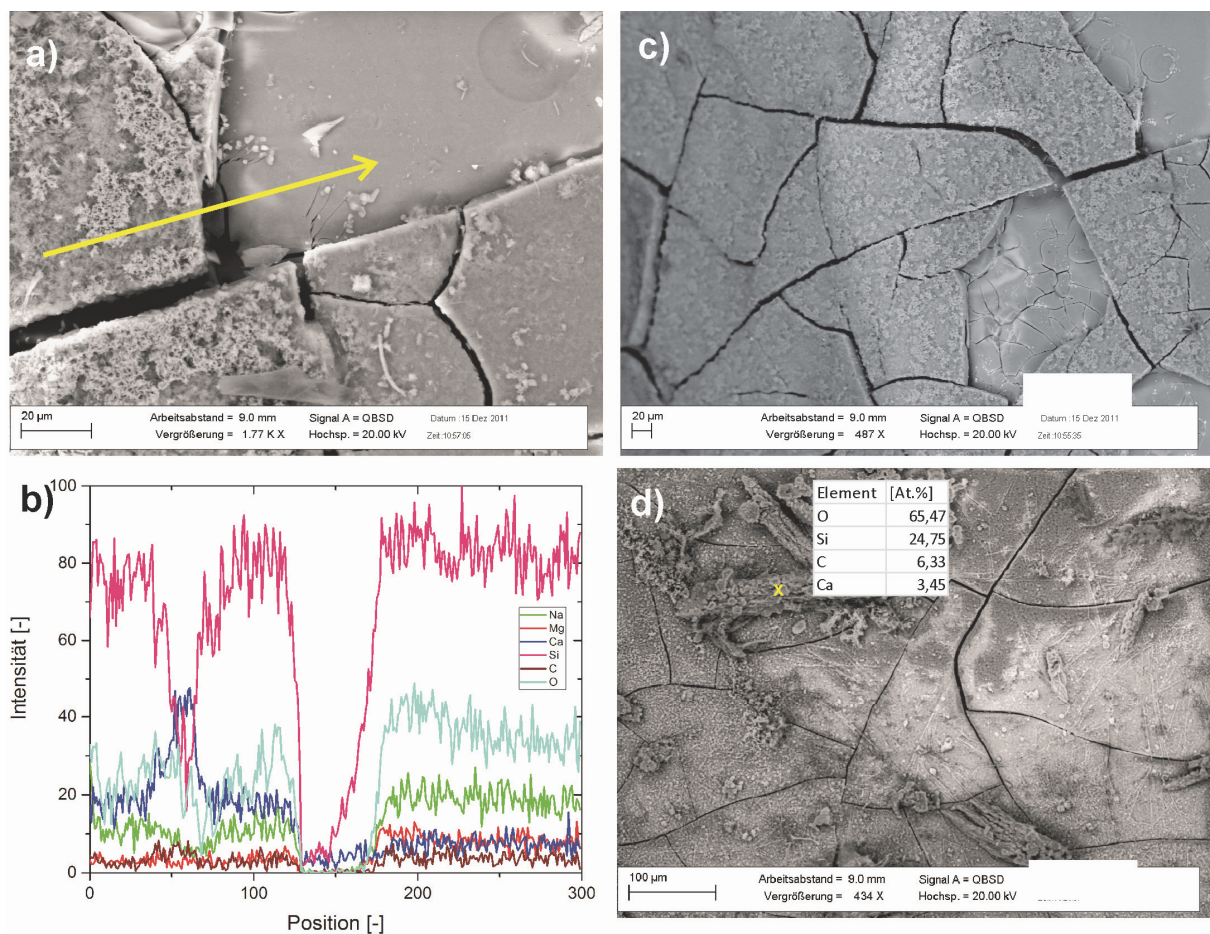


Abbildung 88: Probe FG1 (deionisiertes Wasser, 85 °C), a) zeigt Alterationsprodukte sowie starke Rissbildung und Abschälung mittig auf der Luftseite der Probe in der Dampfzone, b) zeigt die entsprechende Zusammensetzung im EDX-Linescan (gelber Pfeil). c) und d) Korrosionsschichten auf der Luftseite der Probe in Lösungszone. Die Position der EDX-Analyse in d) ist mit einem Kreuz markiert.

Abbildung 88 zeigt die Probe FG1 nach der Einlagerung in deionisiertem Wasser bei 85 °C über $d = 500$ Tage. Es zeigen sich sowohl in der Dampfzone oberhalb des Wasserspiegels als auch in der Lösungszone starke Rissbildung und Abplatzungen der oberen Schicht des Floatglases. Es ist zu vermuten, dass ein großer Teil der Rissbildung durch Dehydratisierung erst nach Beendigung des Experiments durch Trocknung entstanden ist. Die Schichtgrenze der alterierten Schicht zum Bulkglas ist scharf abgegrenzt, die Oberfläche des Bulkglases erscheint glatt, wenn sie auch ebenfalls bereits leichte Rissbildung und vereinzelt Lösungshohlformen zeigt. Die oberste Schicht ist die Gelschicht, die leicht transparent erscheint und aus der bereits wieder Neokristallite in Form von CaSiO_3 hervorgehen (Abbildung 88 a)). Auf der Oberfläche finden sich des Weiteren kleinere CaCO_3 -Kristalle. Der EDX-Linescan zeigt außerdem, dass die Oberfläche des Bulkglases unterhalb der Gelschicht deutlich weniger Ca, dafür aber noch mehr Na enthält. Ähnliche Elementverteilungen zeigen Bild c) und d) in

der Lösungszone. Laut Profilmessung per Keyence 3D-Lasermikroskop ist die abgeplatzte Schicht hier etwa 8-10 μm dick. Man kann vermuten, dass etwas größere CaCO_3 -Kristalle erst nach ihrer Bildung durch Kieselsäure bzw. CaSiO_3 überzogen wurden. Bild d) zeigt eine von sphärischen Aggregaten aber auch faserigen, fast fädigen Strukturen überlagerte alterierte Oberfläche. Bei den größeren Kristallen die per EDX analysiert wurden, scheint es sich um Ettringit, also eine CSH-Phase zu handeln.

Etwas anders zeigt sich das Bild bei FG8 nach 500 Tagen in deionisiertem Wasser bei 85 °C (Abbildung 89). Besonders in der Dampfzone scheint die Gelschicht aus mehreren hauchdünnen Lagen zu bestehen, die nahezu transparent sind und den Blick auf weitere Schichtungen zulassen. Während eine opak erscheinende Schicht vermehrt Carbonate wie etwa Na_2CO_3 enthält (Bild a) linke Bildhälfte), ist eine darunterliegende Schicht vor allem von Magnesiumsilicat (MgSiO_3) gekennzeichnet. In diesem Bereich zeigt sich eine ungerichtete Rissbildung durch Quell- und Schrumpfdynamik. Im Hinblick darauf, dass FG8 die Probe mit dem höchsten Al-Gehalt von knapp 2 Gew% ist, erklärt sich auch der Al-Gehalt in diesen alterierten Schichten. Die obere opake Schicht enthält entsprechend ihres Alterationsgrades mit fortgeschrittener Netzwerkauflösung weniger Aluminium als die darunterliegende Schicht. In Bild b), der Ausschnittvergrößerung aus diesem Bereich, wird besonders deutlich, dass sphärische Aggregate zwischen den Schichten bzw. auf der unteren Schicht gebildet wurden, die entsprechende Lösungsformen in der darüberliegenden opaken Schicht verursacht haben. Dies kann durch eine lokale pH-Wert-Erniedrigung geschehen sein, die zur Carbonatlösung geführt hat. Die Glasoberfläche zeigt ebenfalls solche sphärischen Aggregate, die ausschließlich aus SiO_2 bestehen. Es handelt sich hierbei mit großer Wahrscheinlichkeit um kolloidales Siliziumdioxid.

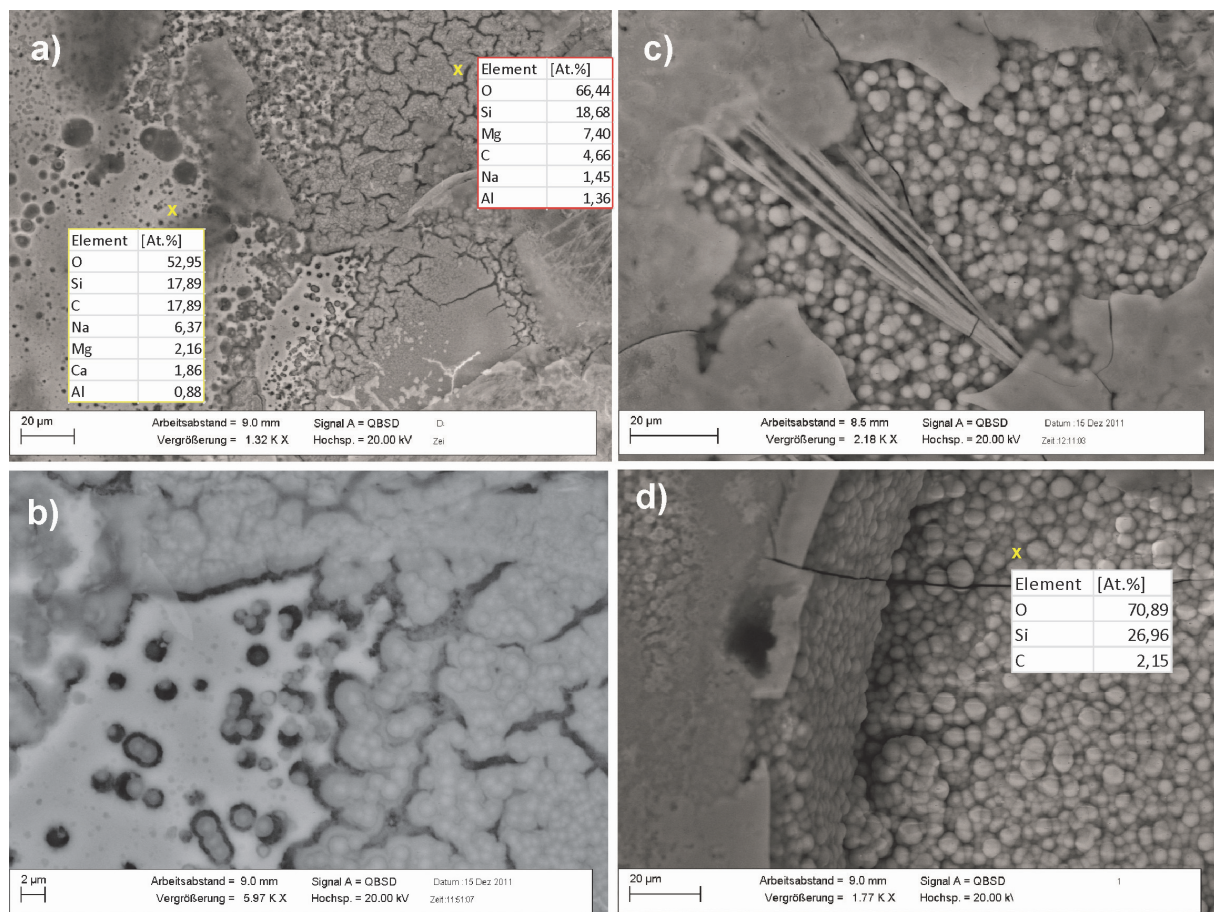


Abbildung 89: Probe FG8 (deionisiertes Wasser, 85 °C), a) zeigt einen Bereich in der Dampfzone, b) eine Ausschnittvergrößerung desselben. c) und d) zeigen Bereiche in der Lösungszone, die Schichtdicke beträgt ca. 13 µm (Keyence-3D-Lasermikroskop Profilmessung).

Abbildung 90 zeigt die besprochenen Proben FG1 und FG8 nach Nanoindentation in geringerer Vergrößerung anhand einer 3D-Lasermikroskopaufnahme. Zunächst wird klar, warum Messungen per Nanoindentation an derart stark alterierten Proben kaum zum Erfolg führen können. Probe FG1 zeigt bei mechanischer Beanspruchung deutlich mehr Zerstörung als Probe FG8, die besonders auf der Luftseite nahezu ohne Abplatzung daherkommt. FG1 zeigt auf der Luftseite der Probe eine stark alterierte Oberfläche mit deutlichen Höhenunterschieden, teilweise ist die oberste Schicht abgelöst und es zeigen sich sphärische Konglomerate in tieferen Schichten. Die Eindrücke des Nanoindenters sind kaum sichtbar, die Oberfläche scheint sehr weich und auch nachgiebig zu sein, sodass keine scharf abgegrenzten Eindrücke entstehen (a). Die Badseite von FG1 ist hingegen weniger alteriert, bis zur mechanischen Beprobung scheint eine nahezu intakte Oberflächenschicht mit wenigen großflächig gerichteten Rissen vorhanden gewesen zu sein. Unterhalb der Eindruckspitze zerbricht diese Schicht in feine Splitter, da sie sehr spröde ist. Die obere Schicht des Glases bricht durch die Eindrücke und schilfert in Form von Flakes ab.

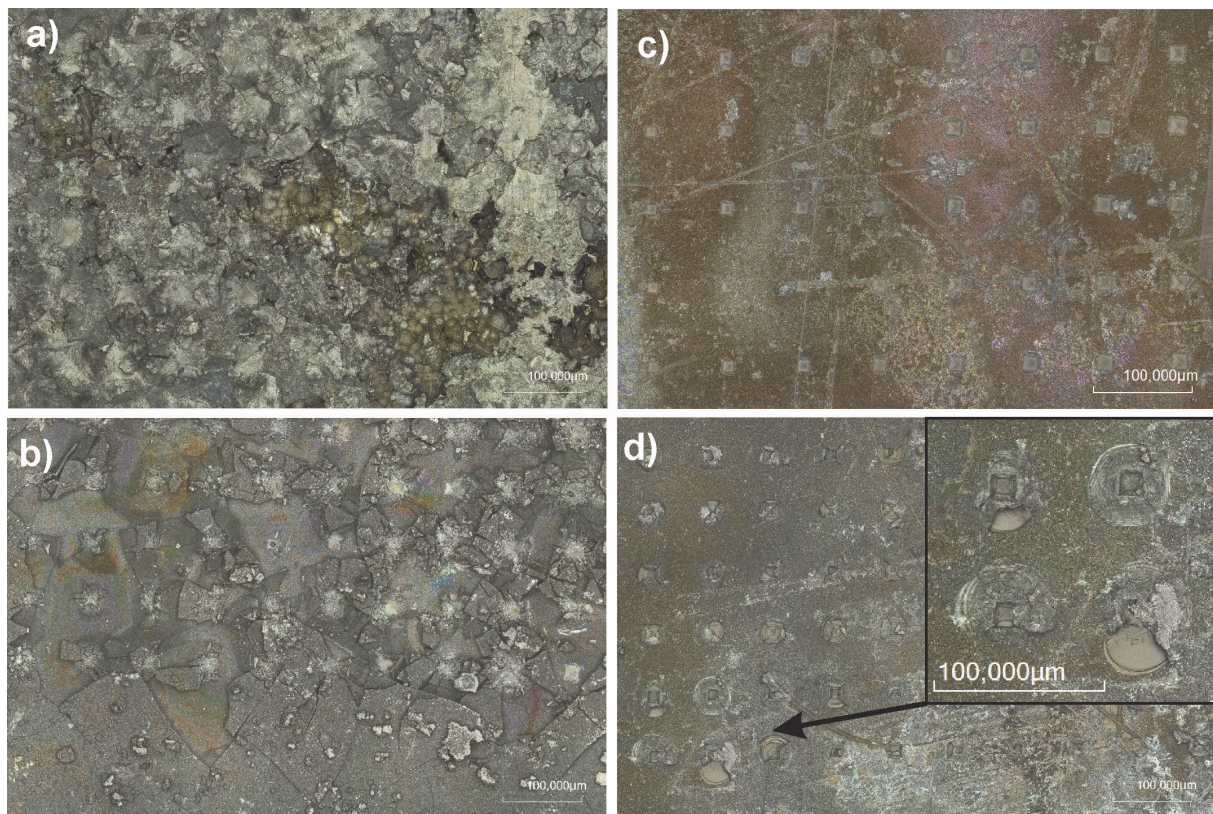


Abbildung 90: FG1 (deion. Wasser, 85 °C) a) Luftseite in Lösungszone und b) Badseite in Lösungszone. FG8 (deion. Wasser, 85 °C) c) Luftseite in Lösungszone und d) Badseite in Lösungszone. Probe FG1 ist deutlich empfindlicher gegenüber mechanischer Beanspruchung, es kommt zum Abplatzen der korrosionsbedingten Oberflächenschichten. FG8 zeigt besonders auf der Luftseite kaum Rissbildung oder Abplatzungen.

Probe FG8 zeigt auf der Luftseite zwar eine sichtbare Oberflächenalteration, aber durch die Kraftaufbringung des Indenters kommt es nicht zur Rissbildung oder Abplatzungen. Lediglich an den Flanken der Eindrücke kommt es zu geringen Aufwölbungen von aufgeworfenem bzw. verdichtetem Material der Oberfläche, das sehr weich zu sein scheint. Anders auf der Badseite der Probe, hier kommt es bei höheren Kräften zu Abplatzungen im Bereich über der Verdichtungszone um den Eindruck herum. Auch hier ist die Badseite, wie zu erwarten war, deutlich spröder als die Luftseite.

Deutliche Unterschiede zeigen auch die Proben FG9 und FG10 auf der Luftseite in Lösung (deion. Wasser, 85 °C) (Abbildung 91). Während bei FG1 und FG8 noch ein deutlicher Unterschied im Al-Gehalt vorliegt, der die sehr unterschiedliche Beständigkeit bedingen kann, ist dies hier nicht der Fall (vergl. Tabelle 7). Bei FG9 kommt es zu deutlicher Aufwölbung und Abplatzung der oberen Schichten, was bei FG10 nicht zu erkennen ist. Bei höheren Kräften kommt es hier zur Bildung von Radialrissen, die aber keine Zerstörung der Oberfläche herbeiführen.

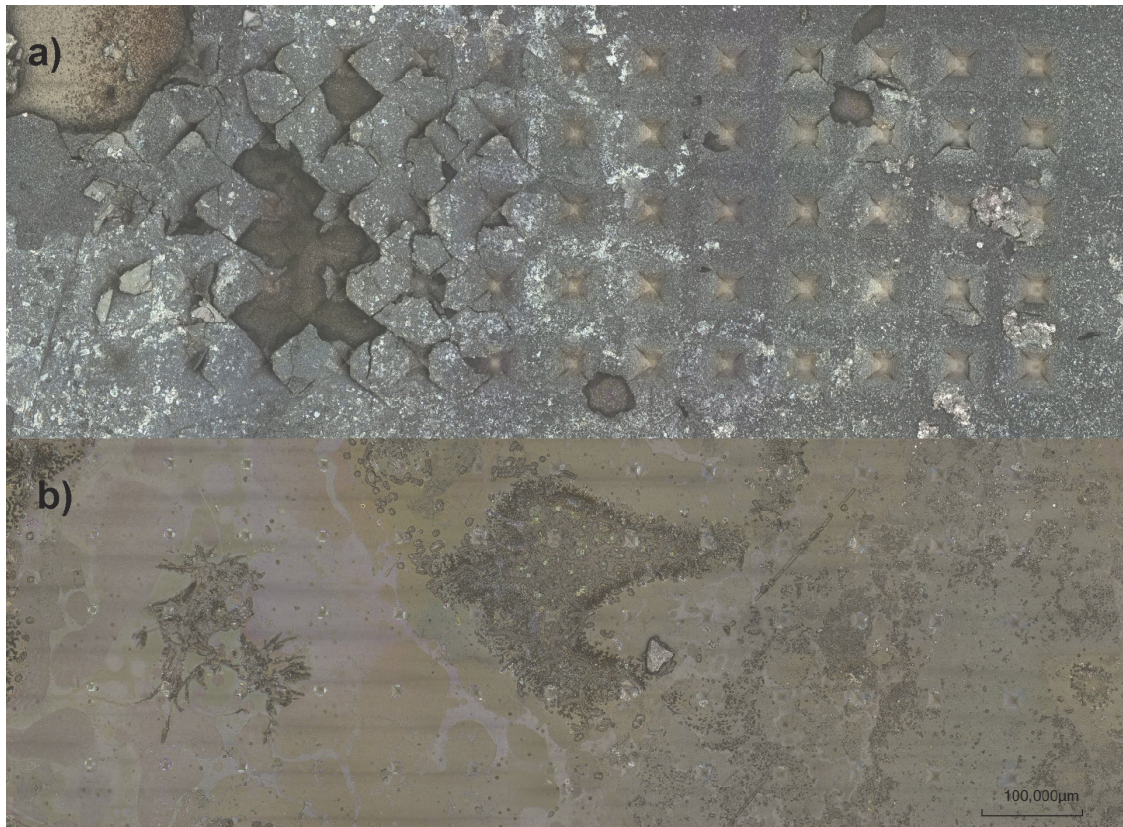


Abbildung 91: Nanoindentation auf der Luftseite in Lösung bei a) FG9 (deion. Wasser, 85 °C) und bei b) FG10 (deion. Wasser, 85 °C). Während bei FG9 starke Abplatzungen zu erkennen sind, sind die Eindrücke auf FG10 kaum sichtbar.

Abbildung 92 zeigt FG1 nach 500 Tagen in Natriumsulfatlösung bei 85 °C. Bild a) zeigt das in der Dampfzone ausgelaugte Glasnetzwerk der Luftseite, das sich bereits selbst in der Auflösung befindet. Es liegt als Schicht auf dem Bulkglas mit glatter Oberfläche, das wiederum von tiefen Rissen durchzogen wird. Eine über dem ausgelaugten Netzwerk liegende Gelschicht ist in Bild a) nicht zu sehen, dafür aber in Bild b). Diese ist leicht transparent, zeigt Rekristallisationen als Binnenstrukturen und ist von weiteren Präzipitaten bewachsen (vergl. auch Abbildung 88 und Abbildung 89). Auf der Badseite zeigt Bild c) sphärische Aggregate im Bereich des ehemaligen Wasserspiegels, die Gelschicht ist in Bild d) noch verhältnismäßig intakt und weniger transparent. Auf ihr befinden sich kleine Kristalle, bei denen es sich vor allem um Calciumcarbonate handelt.

Auf den ersten Blick scheint die Oberfläche der Probe FG10 nach Lagerung in Sulfatlösung bei 85 °C ein ähnliches Bild zu zeigen (Abbildung 93). Jedoch ist die Luftseite der Probe weniger durch Rissbildung gekennzeichnet, als durch größere Korrosionslöcher im ausgelaugten Netzwerk (Bilder a) und b)). Die darüber befindliche Gelschicht ist sehr transparent und lässt den Blick auf darunterliegende Strukturen zu (Bild b)). Auf der Badseite zeigt ein senkrecht aufgestelltes Bruchstück der oberen Gelschicht eine Negativform des ausgelaugten

Netzwerkes auf der Unterseite (Bild d)). Dies lässt den Schluss zu, dass durch Lösungsmechanismen erst nach fortgeschrittener Korrosion eine erneute Füllung dieser Hohlräume durch amorphes silicatisches Material erfolgt ist.

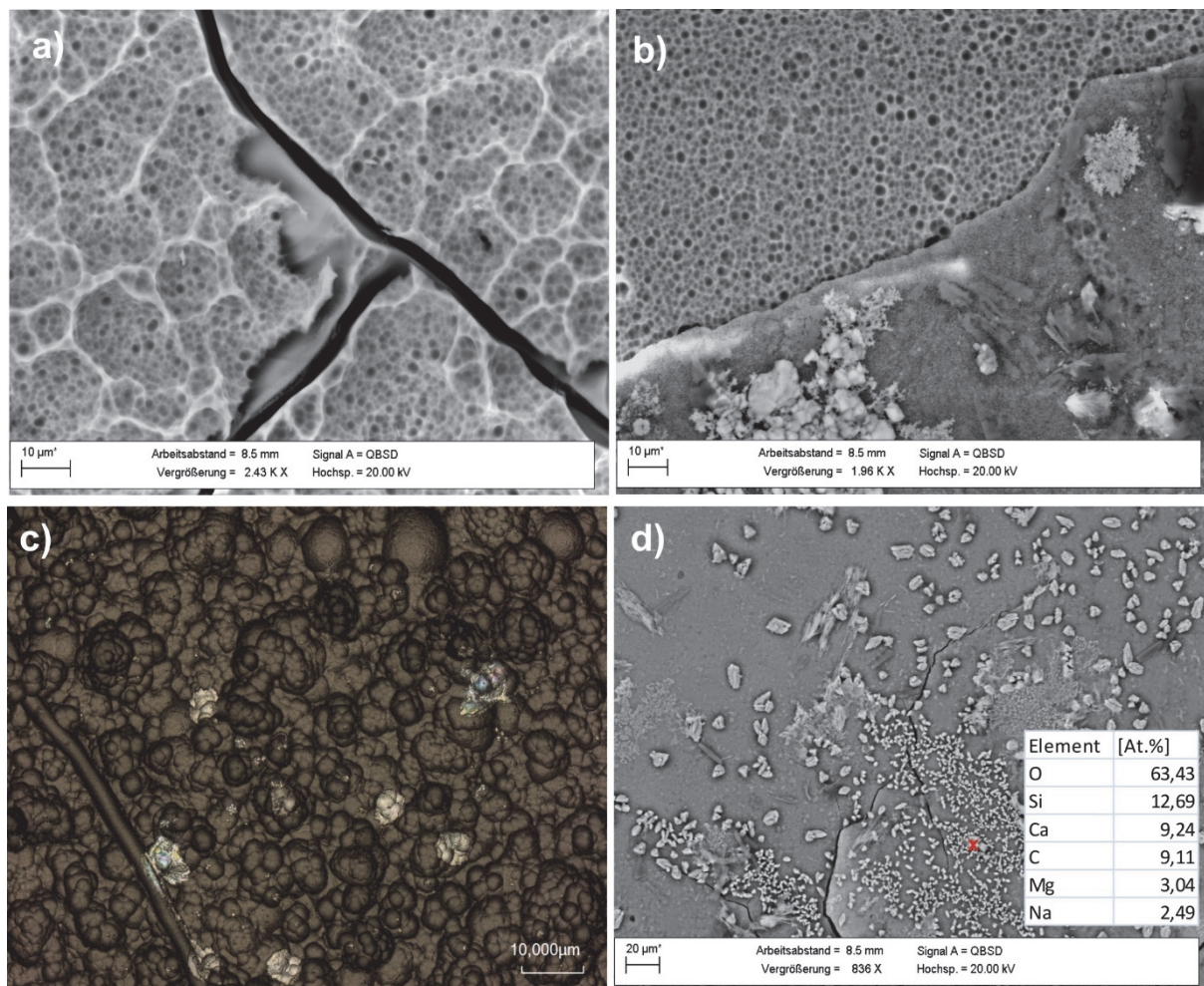


Abbildung 92: a) und b) FG1 15_1S40 (85 °C) Luftseite in Dampfzone, c) FG1 15_1S40 (85 °C) Badseite im Bereich des Wasserspiegels, d) FG1 15_1S40 (85 °C) Badseite in Lösungszone.

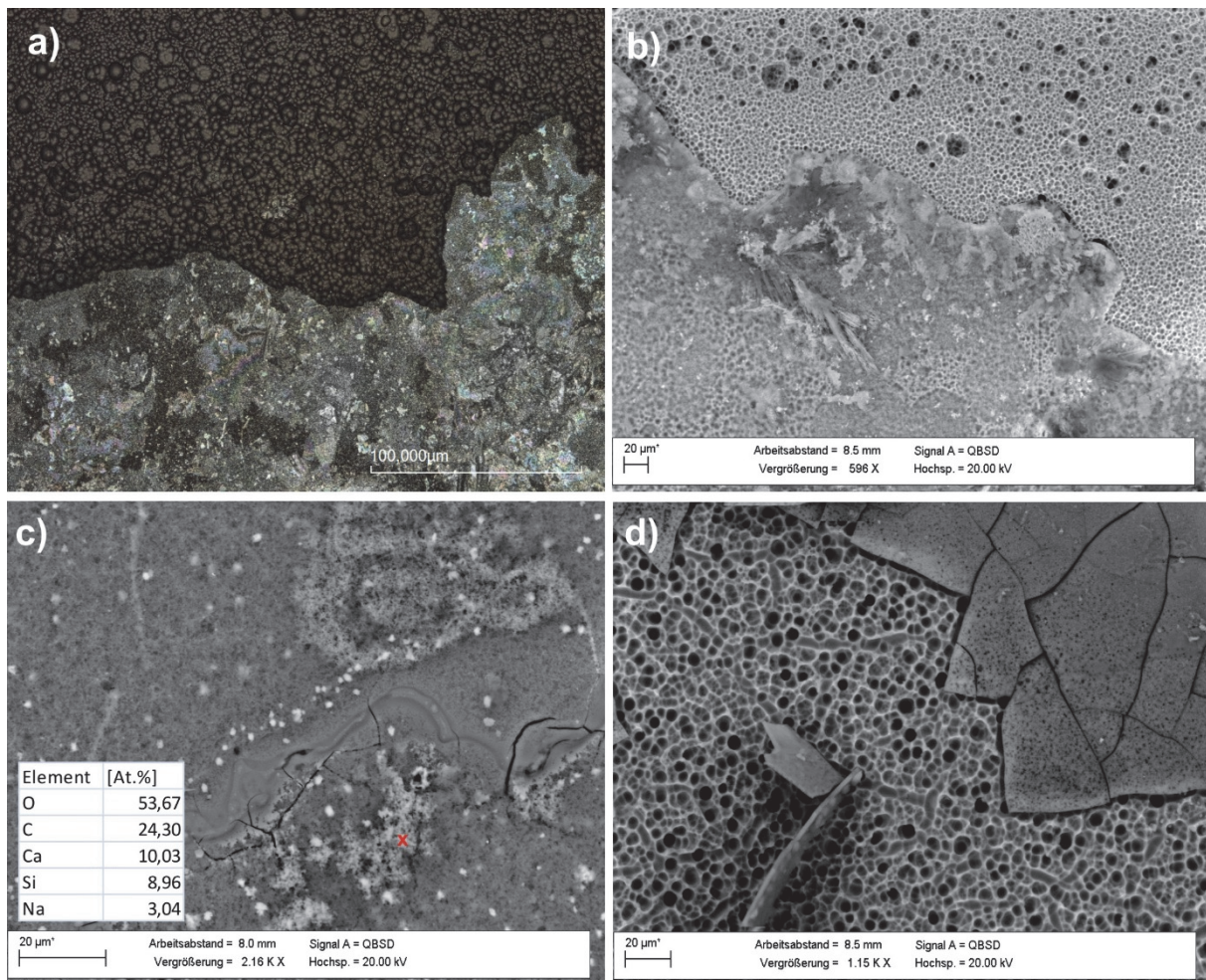


Abbildung 93: a) und b) FG10 18_10S40 (85 °C) Luftseite Mitte, c) FG10 18_10S40 (85 °C) Badseite Dampfzone, d) FG10 18_10S40 (85 °C) Badseite in Lösungszone.

Bild c) zeigt erneut eine sehr transparente obere Schicht, die den Blick auf Lösungsstrukturen entlang von Rissen freigibt. Hier ist das Lösungsmedium durch die Risse eingedrungen und hat lokal begrenzt andere Korrosionsformen hervorgerufen, als im daran anschließenden Bereich des Glases (links oben im Bild). Es scheint an Rand um diesen glatt erscheinenden Lösungsbereich auch zu Ausblühungen von Kristallen aus dem Lösungsmedium gekommen zu sein, die durch Unterschreitung der Löslichkeit (beispielsweise durch einen veränderten lokal begrenzten pH-Wert) hervorgerufen werden.

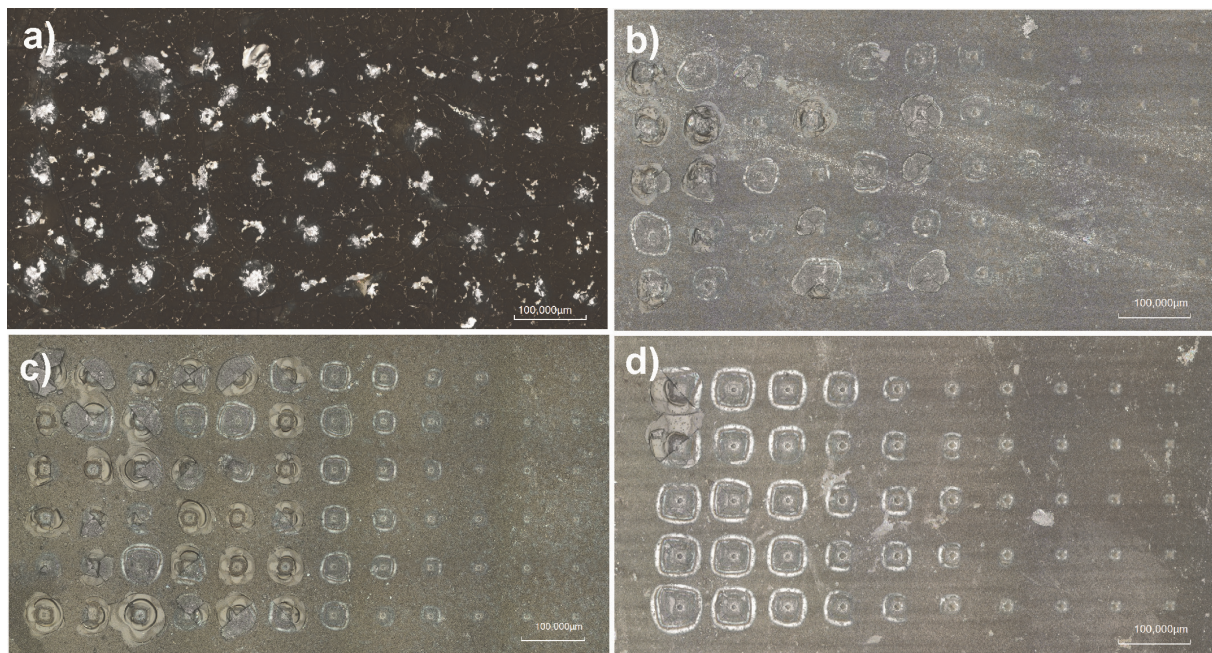


Abbildung 94: FG1 (Natriumsulfatlösung, 85 °C) a) Luftseite in Lösungszone und c) Badseite in Lösungszone. FG10 (deion. Wasser, 85 °C) b) Luftseite in Lösungszone und d) Badseite in Lösungszone.

Abbildung 94 zeigt die Proben FG1 und FG10 nach Lagerung in Natriumsulfatlösung bei 85 °C und anschließender Indenterbeprobung. Auffällig ist zunächst die nahezu schwarz erscheinende Oberfläche der Luftseite von FG1 (Bild a)). Dies ist auf eine veränderte Lichtbrechung durch Korrosion der Oberfläche zurückzuführen, vergl. hierzu auch Abbildung 95. Durch die mechanische Beanspruchung kommt es zum Zerbersten der porösen Oberflächenschicht, Rissbildung ist nicht zu erkennen. Auch die Badseite von FG1 und die Probe FG10 zeigen keine Rissbildung auf der Oberfläche, jedoch mehr oder weniger stark ausgeprägte Abplatzungen im Bereich der Verdichtungszone um die Eindrücke herum. Es ist davon auszugehen, dass es bei einer Bildung von sichtbar hellen, ringförmigen Linien im Bereich der verdichteten Zone bereits zur Ablösung der oberen Schicht vom darunter befindlichen Substrat kommt, diese jedoch noch nicht zwangsläufig bricht und somit nicht vollständig entfernt wird. Bei der Badseite von FG1 kommt es bei 1000 mN Indentation zur Abplatzung (Bild c)), bei FG10 auf der Badseite hingegen erst bei 1500 mN Indentation (d)). Auf der Luftseite der Probe FG10 findet ebenfalls eine Ablösung der oberen Schicht bereits bei 1000 mN Kraftaufbringung statt.

Abbildung 95 zeigt, wie die unterschiedliche Lichtbrechung im 3D-Lasermikroskop sichtbar wird. Bereiche mit geringer Reflexion bzw. hoher Transmission oder hoher Absorptionsfähigkeit erscheinen dunkel, während Bereiche um den Eindruck herum durch höhere Reflexion sehr hell erscheinen. In Bezug auf die Oberflächenbeschaffenheit zeigt sich, dass diese verschiedenen optischen Erscheinungsbilder direkt mit den FT-IRRS-Messungen korrelieren

(vergl. Absatz 4.3.6.2). Diese wiederum lassen Rückschlüsse auf die chemischen Veränderungen der Glasoberfläche zu. Die Luftseite der Probe FG1, die in Abbildung 94 a) sehr schwarz erscheint, zeigt keine LO_3 -Bande mehr, die TO_3 -Bande ist zu höheren Wellenlängen verschoben. Das Verschwinden der LO_3 -Bande ist mit der Hydratisierung der Gelschicht unter Ablaufen der Reaktion $\text{Si-O-Si} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{Si-OH}$ verbunden (18). Die Bandverschiebung von TO_3 zeigt außerdem die Bildung silicatischer Schichten an, darüber hinaus kommt es durch Herauslösung von Netzwerkwandlern zum Decoupling mit der benachbarten NBO -Bande (26).

Abbildung 95 zeigt, dass es auch unterhalb der obersten Schicht eine dunkel erscheinende Schicht geben kann (Bild b)) bzw. die obersten Schichten sind so dick, dass sie nicht vom Lichtstrahl des Mikroskoplasers durchdrungen werden können und die untere dunkler erscheinende Schicht nicht durchscheint. Eindrücklicher in dieser Abbildung ist jedoch, dass die Oberfläche der Proben durch die bildgebende Messung per 3D-Lasermikroskop deutlich irisierend in schillernden Farben erscheint. Dies zeigt sich, im Gegensatz zu den dunkel erscheinenden Probenoberflächen, durch eine deutlich ausgeprägte LO_3 -Bande im FT-IRRS-Spektrogramm. Die Intensität der LO -Bande steigt wiederum bei zunehmender Porosität der Glasoberfläche, da das Licht in den Poren gestreut wird. Es ist davon auszugehen, dass sehr dünne, hydratisierte Kieselgelschichten durch Trocknung nach Probenentnahme zu Opal dehydratisiert wurden, was nun zur Opaleszenz führt. Die Schichtdicken sind hierbei geringer als die Wellenlänge des sichtbaren Lichtes, also $< 380 \text{ nm}$, auch die Größe von SiO_2 -Kolloiden spielt hierbei eine Rolle. Die Färbung in Blau- und Lilatönen deutet auf das Phänomen der Rayleigh-Streuung hin.

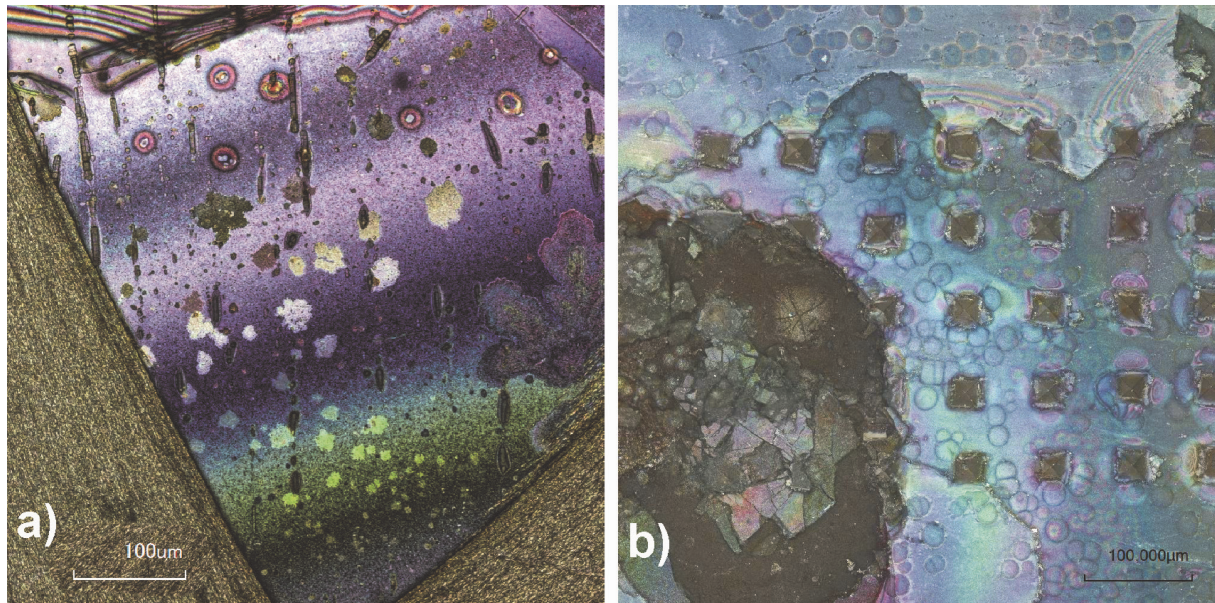


Abbildung 95: a) FG9 nach Sulfatlösung, 60 °C, Luftseite in Lösung und b) FG1 nach Meerwasser, 105 °C Luftseite in Lösung (mit Indentereindrücken). Die Proben erscheinen in der bildgebenden Messung durch 3D-Lasermikroskop deutlich irisierend.

Abbildung 96 zeigt Probe FG1 nach 500 Tagen bei 85 °C in künstlichem Meerwasser. Sowohl in der Dampf- als auch der Lösungszone zeigt sich die Glasoberfläche stark alteriert, es haben sich bereits dicke Schichten von der Glasoberfläche abgelöst, die vorher starke Rissbildung aufwiesen. Bild a) zeigt, dass die neue freigelegte Oberfläche des Bulkglases von Lösungsformen wie Ablaufrinnen oder Löchern gezeichnet ist. Zudem ist sie bereits wieder intensiv von Neokristallisaten wie beispielsweise CaCO_3 und auch NaCl belegt, die zum einen durch Glasauslaugung entstanden sind, zum anderen aber durch Trocknung nach Probenentnahme auch aus der Restlösung auf der Oberfläche ausgefallen sind. Bild c) zeigt die starke und tiefgreifende Zerstörung der Oberfläche anhand eines Oberflächenflakes, der in einen unter sich befindlichen Hohlraum des alterierten Glases „hineingefallen“ ist. Das Bild zeigt ebenfalls, dass sich NaCl -Kristalle zwischen den Schichten befinden (flächige, flache Kristalle im rechten und rechten oberen Bildbereich) bzw. dort aus der Lösung auskristallisiert und gewachsen sind. Zum Teil treten sie an den Bruchstellen bzw. Schichtgrenzen zutage und wachsen dort als Kristallisate in alle drei Dimensionen weiter. Bild d) zeigt die vermehrt vorkommenden Talk-Kristalle ($\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$) auf der ehemals in Lösung befindlichen Oberfläche.

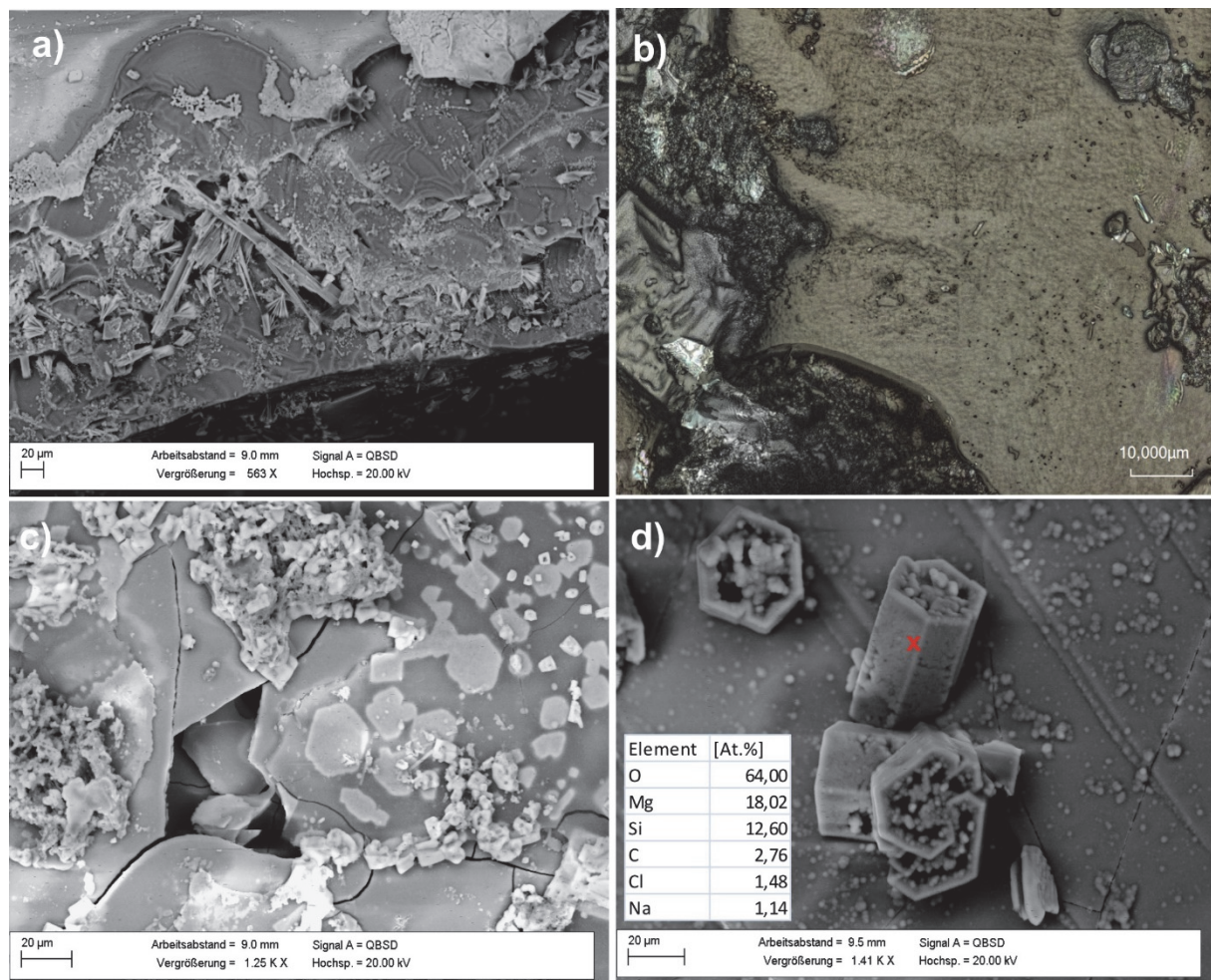


Abbildung 96: a) FG1 8_1M40 (85 °C) Luftseite in Dampfzone, b) und c) FG1 8_1M40 (85 °C) Luftseite im Bereich Wasserspiegel, d) FG1 8_1M40 (85 °C) Luftseite Lösungszone

Auch Probe FG10 zeigt Talk-Kristalle im Bereich der Lösungszone (vergl. Abbildung 97 Bild c) und d)), aber auch die sehr kleinen weißen Kristalle, die direkt auf der alterierten Glasoberfläche als weiße Pünktchen erscheinen, bestehen aus Magnesiumsilicat. Um diese herum sieht man flache bis würfelige NaCl-Kristalle, die aus der Lösung (künstliches Meerwasser) auskristallisiert sind. Bild a) zeigt großflächig aufgewachsene Calciumsilicate, sogenannte CSH-Phasen, auf der Oberfläche des Glases in der Dampfzone. Die hellen Bereiche sind vermutlich aufgelagerte NaCl-Kristalle, die sich durch Abtrocknen nach Probenentnahme gebildet haben. In Bild b) zeigt sich, wie stark zerstört die Oberfläche des Glases ist. Teilweise liegen ganze Glasbruchstücke auf der Oberfläche (rechter mittlerer/unterer Bildbereich sowie im Bild links unten), die Rissbildung geht tief ins Glas hinein. Weite Teile der noch nicht abgeblätterten Oberfläche sind zudem mit einem „Teppich“ aus Kristallen bewachsen, vermutlich sowohl CaSiO_3 als auch CaCO_3 .

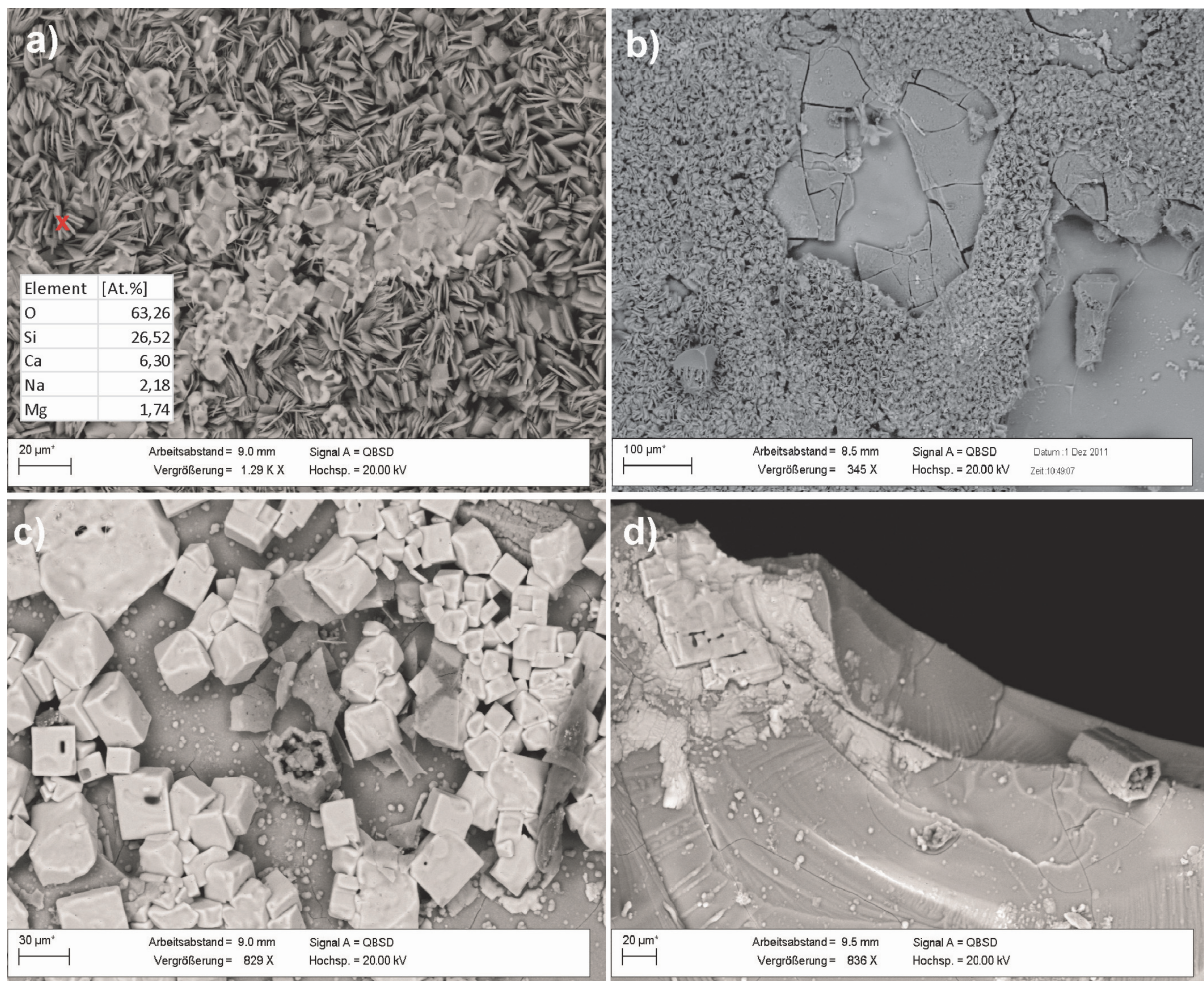


Abbildung 97: a) und) FG10 11_10M40 (85 °C) Luftseite in Dampfzone, c und d) FG10 11_10M40 (85 °C) Luftseite Lösungszone.

Abbildung 98 zeigt die Probe FG1 nach 500 Tagen in deionisiertem Wasser bei 60 °C. Bild a) zeigt einen Überblick über die zahlreichen faserigen Calciumcarbonate auf der Glasoberfläche, Bild b) zeigt diese noch einmal detaillierter. Es wird deutlich, dass sich diese CaCO_3 -Präzipitate bevorzugt in und oberhalb von Lösungshohlformen des Glases bilden. Dies deutet auf lokale pH-Wert-Verschiebungen in diesem Lösungsbereich hin, die zur Ausfällung geführt haben. Bild c) zeigt die Rissbildung durch ausgeprägte Quell- und Schrumpfdynamik in der Gelschicht unterhalb der Neokristallisate. Auf Bild d) ist die Oberfläche des Glases in der Lösungszone dargestellt, die viele kleine „Lösungspits“ zeigt, die häufig auch kreisförmig angeordnet sind. Bild e) zeigt ebendiese Oberfläche zusammen mit der darunterliegenden Schicht, die durch Abblättern der obigen freigelegt wurde. Man sieht, dass die kreisförmige Anordnung schichtspezifisch ist und sich nicht auf der darunterliegenden Schicht fortsetzt. Bei den kleinen Kristallen auf der Oberfläche handelt es sich überwiegend um Calciumcarbonat. Der EDX-Linescan dieses Ausschnitts zeigt, dass die obere Schicht stärker an Si angereichert sowie etwas stärker hydratisiert ist. Die untere Schicht enthält noch mehr Ca, Na

und Mg, wobei Na besonders in den Lösungspits stärker angereichert ist. Ca und Mg sind hingegen in diesen Löchern etwas weniger stark reduziert.

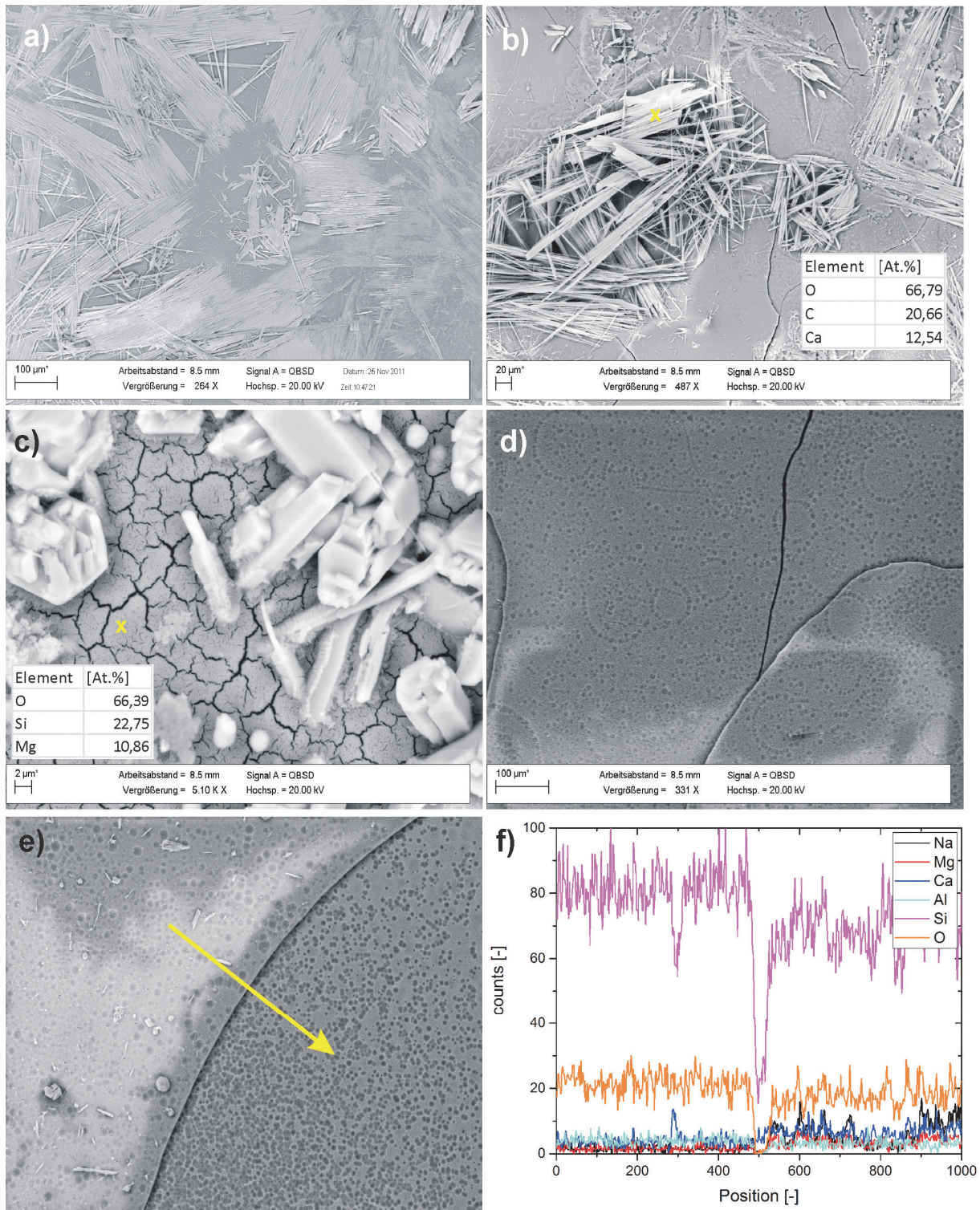


Abbildung 98: a) und b) FG1 64_1D60 (60 °C) Luftseite im Bereich Wasserspiegel, c) FG1 64_1D60 (60 °C) Luftseite in Dampfzone d), e und f) FG1 64_1D60 (60 °C) Luftseite Lösungszone (der Pfeil markiert den Verlauf des Linescans).

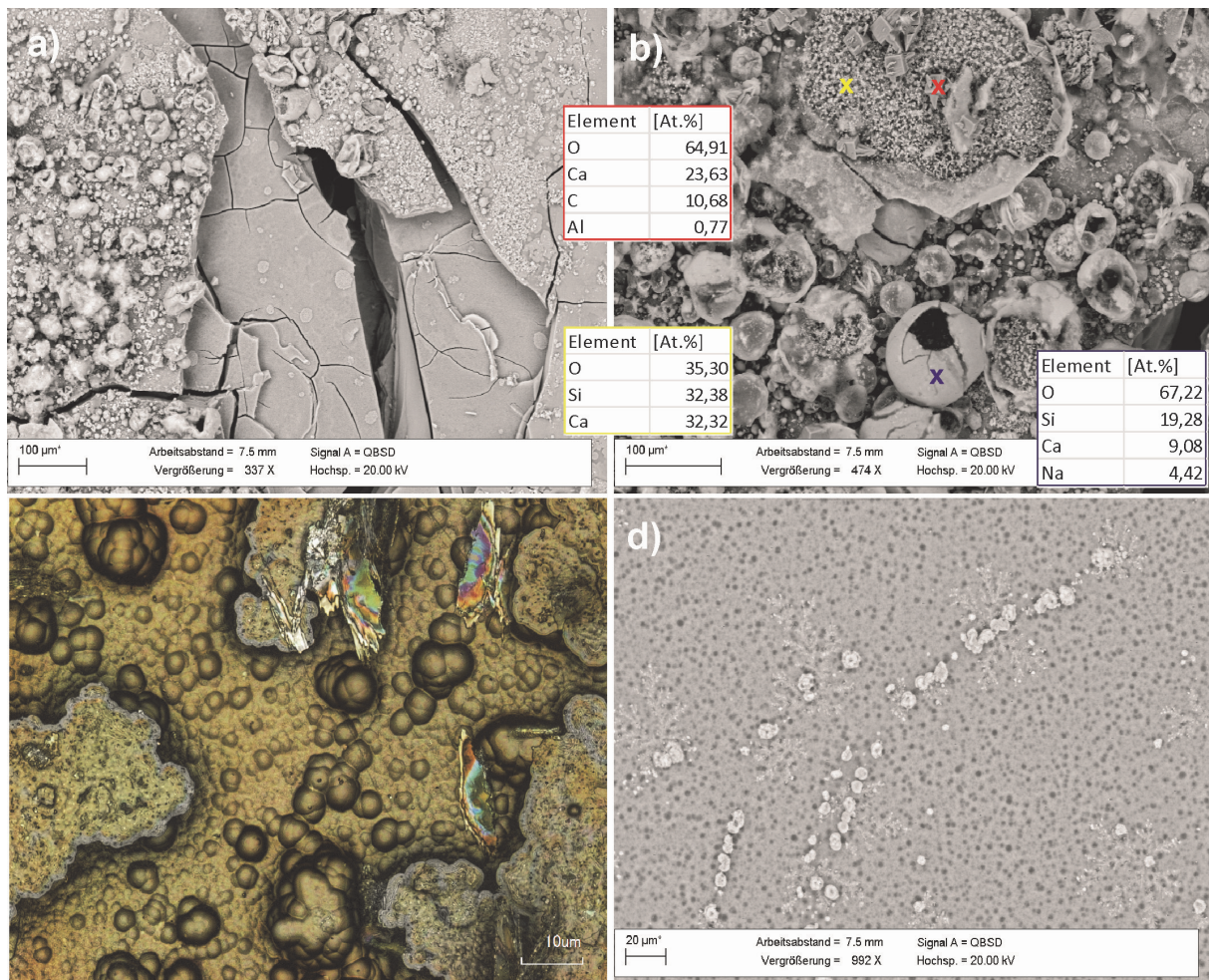


Abbildung 99: a) und b) FG10 67_10D60 (60 °C) Luftseite in Dampfzone, c) FG10 67_10D60 (60 °C) Luftseite im Bereich Wasserspiegel und d) FG10 67_10D60 (60 °C) Luftseite Lösungszone.

Abbildung 99 zeigt Probe FG10 nach 500 Tagen in deionisiertem Wasser bei 60 °C. Bild a) lässt die Luftseite des Glases erkennen, das in der Dampfzone eingelagert wurde. Man sieht deutlich die tiefen Risse die weit ins Glas hineinreichen, aber auch kleinere Risse, die sich auf einzelne Schichten an der Oberfläche begrenzen. Der Teil der oberflächlichen Schicht in der Bildmitte ist abgeplatzt, dort wo diese Schicht noch vorhanden ist, sieht man jedoch zahlreiche Präzipitate, teilweise in Form von sphärischen Hohlformen. Darüber hinaus befinden sich aber auch kleine Kugeln auf der Oberfläche, bei denen es sich um kolloidales SiO_2 handelt. Bild b) zeigt eine Vergrößerung dieses Bereichs. Man erkennt eingefallene Hohlkugeln oder auch oben offene Gebilde, die die Anmutung von Eierschalen haben. Tatsächlich scheint es sich hierbei um Kieselsäure $\text{Si}(\text{OH})_4$ zu handeln, das ehemals in feinen Tröpfchen auf der Glasoberfläche gelöst war und nach deren Austrocknung als schalenartiger Körper stehengeblieben ist. Manche dieser Schalen sind mit feinen Calciumsilicat-Kristallen gefüllt, aber auch größere rhomboedrische Calciumcarbonat-Kristalle sind zu sehen. Diese

haben teilweise kleine Zähnchen bzw. es entstehen weitere blättrige, rosettenartige Kristalle. Während es sich bei den Rhomboedern um Calcit handelt, kann man bei den übrigen Strukturen von der Varietät Vaterit ausgehen. Vaterit ist in der Regel nur bei Temperaturen oberhalb von 80°C oder höheren Drücken stabil. Strukturelle Unterschiede des CaCO_3 ergeben sich aber auch durch Änderungen des pH-Wertes. Es konnte gezeigt werden, dass Vaterit-Kristalle auch bei einer Erniedrigung des pH-Wertes ausgebildet werden können (102). In Bild c) sind nur noch Stückchen der oberflächlichen Schicht des Glases zu sehen, die den Blick auf die darunterliegende kolloidale Schicht freigeben. Diese Schichtstücke zeigen einen irisierenden Saum, der auf fortschreitende Korrosion und eine damit verbundene Ausbildung der Liesegang-Ringe hindeutet. Einige weitere Stücke dieser Schicht liegen leicht verkippt auf der Oberfläche und schillern unter dem Licht des Lasermikroskops in Regenbogenfarben; ein Hinweis auf eine sehr fein lamellierte Struktur im Nanomaßstab. Bild d) zeigt kleine Lösungspits auf der Oberfläche in der Lösungszone und kleine CaCO_3 -Kristalle, die teilweise nahezu kettenförmig angeordnet sind.

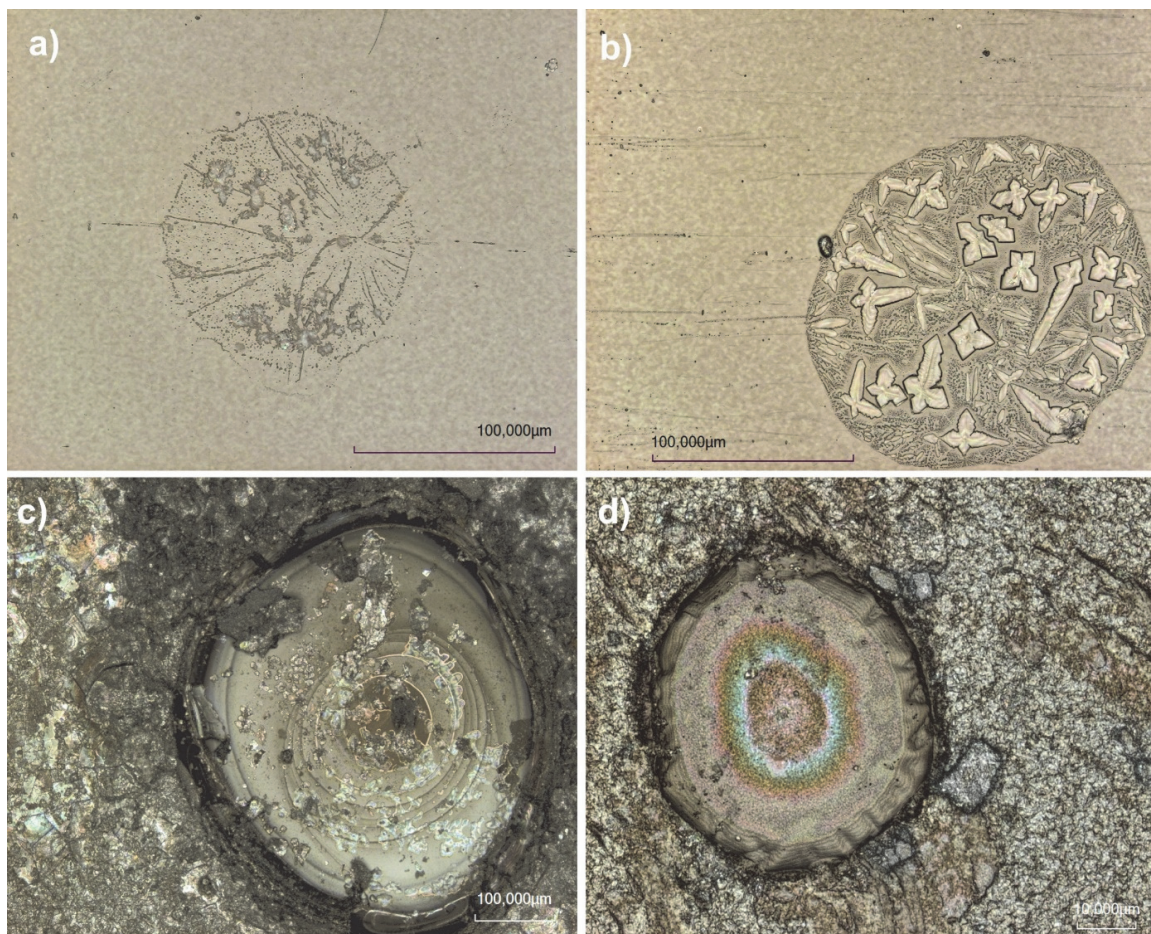


Abbildung 100: a) FG1 22_1D4 (4 °C) Luftseite in Dampfzone, b) FG9 31_9M4 (4 °C) Luftseite in Dampfzone, c) FG10 11_10M40 (85 °C) Luftseite in Dampfzone, d) FG9 87_9M105 (105 °C) Badseite in Lösungszone.

Viele der alterierten Gläser zeigen in der Vergrößerung runde Strukturen und Formen. Dies können Präzipitate sein, die Vorstufen weiterer Korrosion sein können, aber auch bereits stark korrodierte Lösungsformen und Löcher. Abbildung 100 zeigt in Bild a) eine solche kreisförmige Struktur auf dem Glas FG1 nach 500 Tagen in deionisiertem Wasser bei 4 °C. Diese Struktur ist in der Dampfzone durch das Abtrocknen eines kleinen Tropfens entstanden. Die Präzipitate werden aus leicht löslichen Ionen wie Na oder K aufgebaut, vermutlich wurde auch Schwefel aus der Umgebungsluft gelöst, sodass es sich beispielsweise um Natriumsulfat handeln könnte. Eine ähnliche Struktur zeigt Bild b), das FG9 nach Einlagerung in synthetischem Meerwasser bei 4 °C zeigt. Hier sehen wir sehr deutlich, dass sich NaCl-Kristalle abgelagert haben, diese also auch bei sehr geringen Temperaturen aus der Lösung mit in den aufsteigenden Dampf hineingezogen werden. Beiden Bildern ist gemein, dass bei 4 °C durch keine der Lösungen in der Dampfzone eine nennenswerte Beschädigung der Glasoberfläche durch Tröpfchenkorrosion verursacht wurde. Anders sieht dies bei Bild c) und Bild d) aus. Ersteres zeigt den Bereich der Dampfzone von FG10 nach Einlagerung in synthetischem Meerwasser bei 85 °C. Es ist deutlicher „Lochfraß“ zu sehen, die Korrosion ist durch mehrere Schichten bereits bis ins Bulkglas vorgedrungen. Man sieht regelrecht Korrosionsringe des Tropfens, der zunächst um einen Kondensationskeim herum entstanden und gewachsen ist, um dann sein Volumen durch Abtrocknung wieder zu reduzieren. In der Vertiefung kam es durch diesen Prozess zur Neokristallisation. Ähnlich korrodiert zeigt sich die Oberfläche von FG9 nach Meerwasser bei 105 °C, jedoch sieht man an der Ausbildung der Lösungsform, dass diese durch konstanten Lösungskontakt hervorgerufen wurde. Es sind keine Ringe wie beim trocknenden Tropfen vorhanden, stattdessen zeigt sich der Rand leicht zahnig-wellenförmig, was auf konstantes Einwirken und Lösung durch das Lösungsmedium hindeutet. Präzipitate sind nicht zu erkennen.

Abbildung 101 zeigt eine weitere Möglichkeit der Korrosion, die kugelförmig bzw. als „Loch“ immer weiter ins Glas voranschreitet. Bild b) zeigt die Vergrößerung einer Lösungsform auf der Bulkglas-Oberfläche, die man schon als Druse bezeichnen könnte, da sie im Innenbereich mit Neokristallisaten ausgekleidet ist. Bild a) zeigt den Bereich in der Übersicht, wobei deutlich wird, dass es noch weitere solche rundlichen Stellen auf der Glasoberfläche gibt, an denen die Korrosion lediglich noch nicht so weit fortgeschritten scheint. Eine ehemals darüberliegende Schicht ist abgeblättert, ein Rest ist am Bildrand unten links zu sehen. Auf Grund des speziellen Habitus dieser Lösungsform ist davon auszugehen, dass die ehemals darüber befindliche Schicht etwas mit ihrer Ausbildung zu tun hatte. Die Bilder c) und d) zeigen Neokristallisate auf der porösen Gelschicht der Probe FG9, die durch ihr Wachstum zum einen die Oberflächenschicht auslaugen und zu Schrumpfmechanismen führen, die eine

kreisförmige Rissbildung um den Kristall zur Folge haben. Bild d) zeigt darüber hinaus die Bildung von sphärischen Kristallen in der ausgelaugten Zone direkt am Kristall. Zum anderen ist aber davon auszugehen, dass sie während des Wachstums auch massiv an ihrer Wurzel aus dem Bulkglas Material auslaugen, was wiederum zur Bildung eines Loches führt. Durch lokal veränderte pH-Werte oder auch Einlagerung von Feuchtigkeit (wir befinden uns in der Dampfzone) im Hohlraum kommt es zu weiterer Rekristallisation. Die Elementanalyse in Bild b) macht es nicht leicht, einzelne Phasen zu charakterisieren. Vermutlich handelt es sich um CaCO_3 -Kristalle auf konglomeriertem SiO_2 aus einer ausgelaugten Schicht.

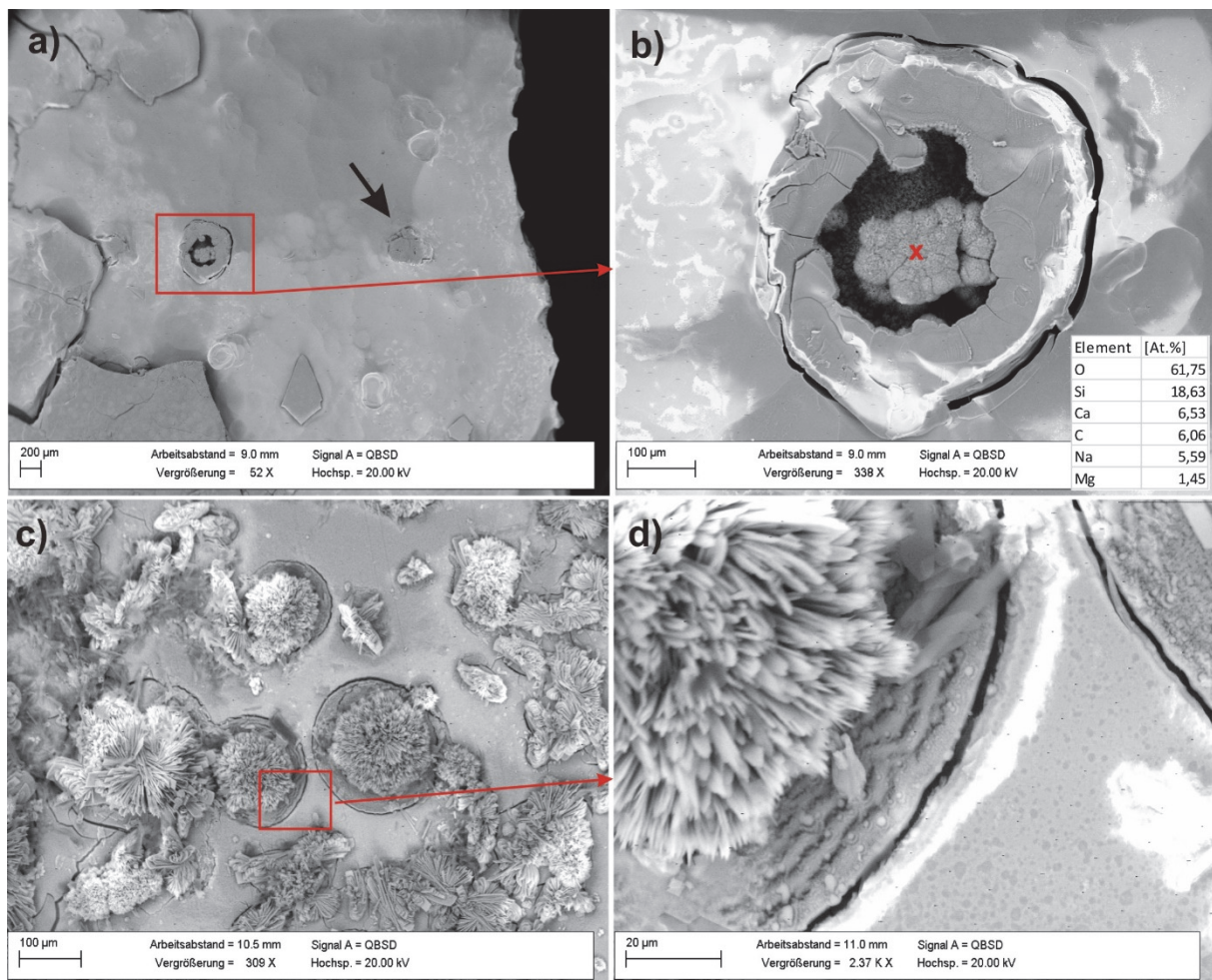


Abbildung 101: a) und b) FG9 3_9D40 Luftseite Dampfzone, c) und d) 6_SD40 Floatglas mit poröser SiO_2 -Beschichtung, Luftseite in Dampfzone.

Abbildung 102 zeigt die Oberfläche der Probe FG1 nach 500 Tagen in synthetischem Meerwasser bei 105 °C. Es zeigen sich in Bild a) sphärische Konkretionen auf der Oberfläche, die in ebensolcher oder ähnlicher Weise auch auf diversen anderen Proben zu finden sind. Trotzdem ist nicht ganz klar, um was es sich handelt, da eine EDX-Analyse auf Grund der geringen Größe schwierig ist. Höchstwahrscheinlich handelt es sich aber um ein

Magnesiumsilicat. Bild b) zeigt einen NaCl-Kristall, ein weiterer ist auf Bild d) links zu sehen. Bild c) zeigt eine großflächige Kristallisation von NaCl aus der Lösung. Bild d) zeigt ein schmetterlingsförmig kristallisiertes Calciumsulfat. Auf den von feinen Rissen durchzogenen Oberflächen in Bild b) und d) sieht man außerdem fein verteilte Calciumcarbonat-Kristalle.

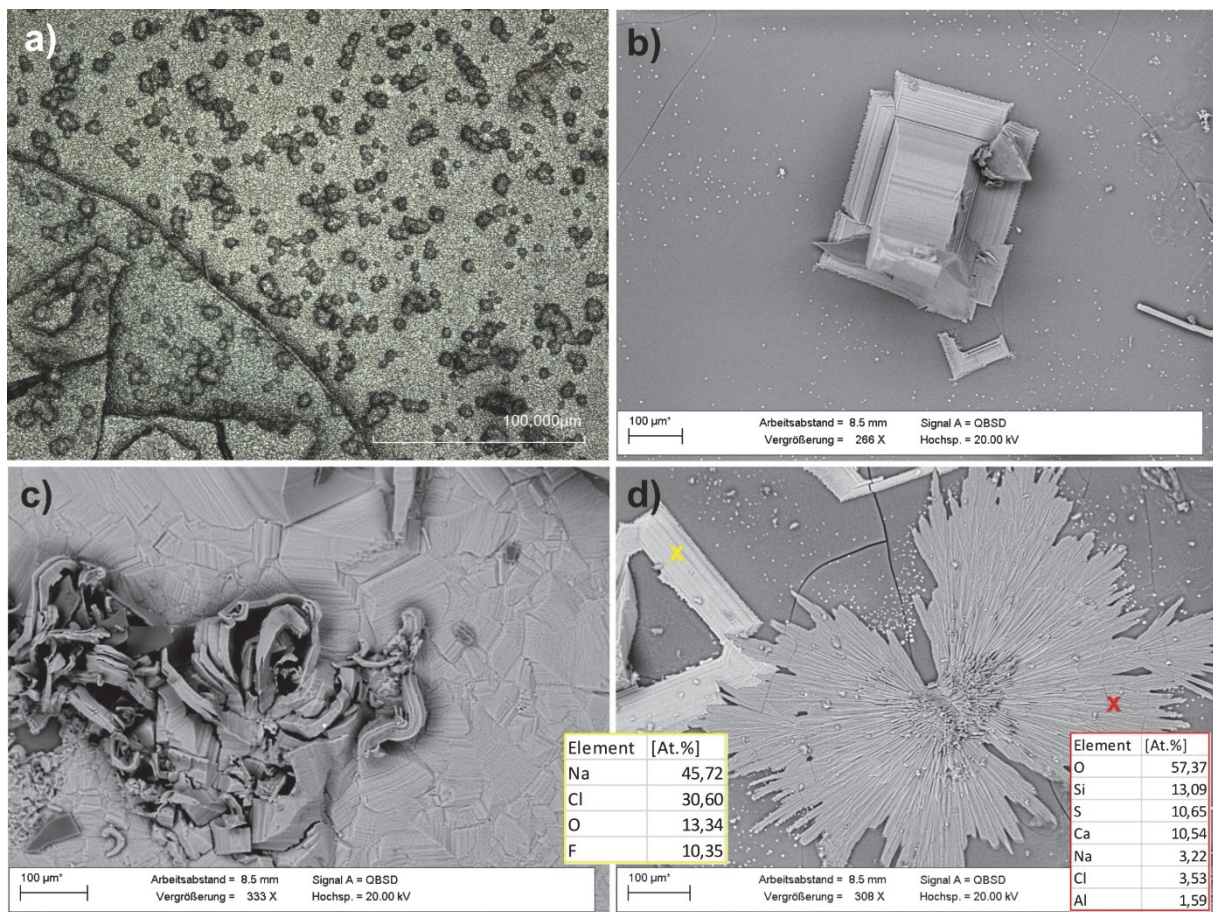


Abbildung 102: a) FG1 nach synthetischem Meerwasser, 105 °C, b), c) und d) FG8 nach Meerwasser, 105 °C.

Abbildung 103 zeigt die Probe FG10 nach 500 Tagen in synthetischem Meerwasser bei 105 °C. Auf Bild a) sieht man zunächst wieder die Konkretionen aus Magnesiumsilicat sowie dendritisch kristallisiertes NaCl. NaCl ist auch auf Bild b) und Bild c) zu sehen, im ersten Fall an den Schichtgrenzen bzw. Risskanten des Glases. Vermutlich ist das Salz durch Trocknung aus der Risslösung ausgefällt worden. Anders zeigt sich NaCl in Bild c), wo es in Form von dendritischen „Sternen“ auf der Oberfläche kristallisiert ist. Die Oberfläche zeigt weiterhin großflächig nahezu reinen Kohlenstoff, dessen Herkunft bzw. Entstehung bisher ungeklärt ist. Die Oberfläche des Glases lässt neben sehr kleinen CaCO_3 -Kristallen auch eine aderige Struktur erkennen, die vermutlich auf Ausdehnung bzw. Quellen der oberen hydratisierten

Schicht zurückzuführen ist. Bild d) zeigt nun ausgeprägte Lösungsformen, die als Liesegang-Ringe bezeichnet werden können (vergl. Abschnitt 5.3). Diese entstehen augenscheinlich zwischen den feinen Lamellen der Oberflächenschichten und weisen durch die unterschiedlichen Schattierungen von dunkelgrau bis hin zu weiß auf verschieden stark angereicherte Elemente und dadurch entstandene Strukturen bzw. Rauheiten in hin. Abbildung 104 zeigt den EDX-Linescan der ebenso ringförmig alterierten Oberfläche von FG10. Es wird deutlich, dass die Ringe unterschiedlich hohe Konzentrationen an Na, Ca und Mg aufweisen, besonders Mg wird teilweise stark angereichert.

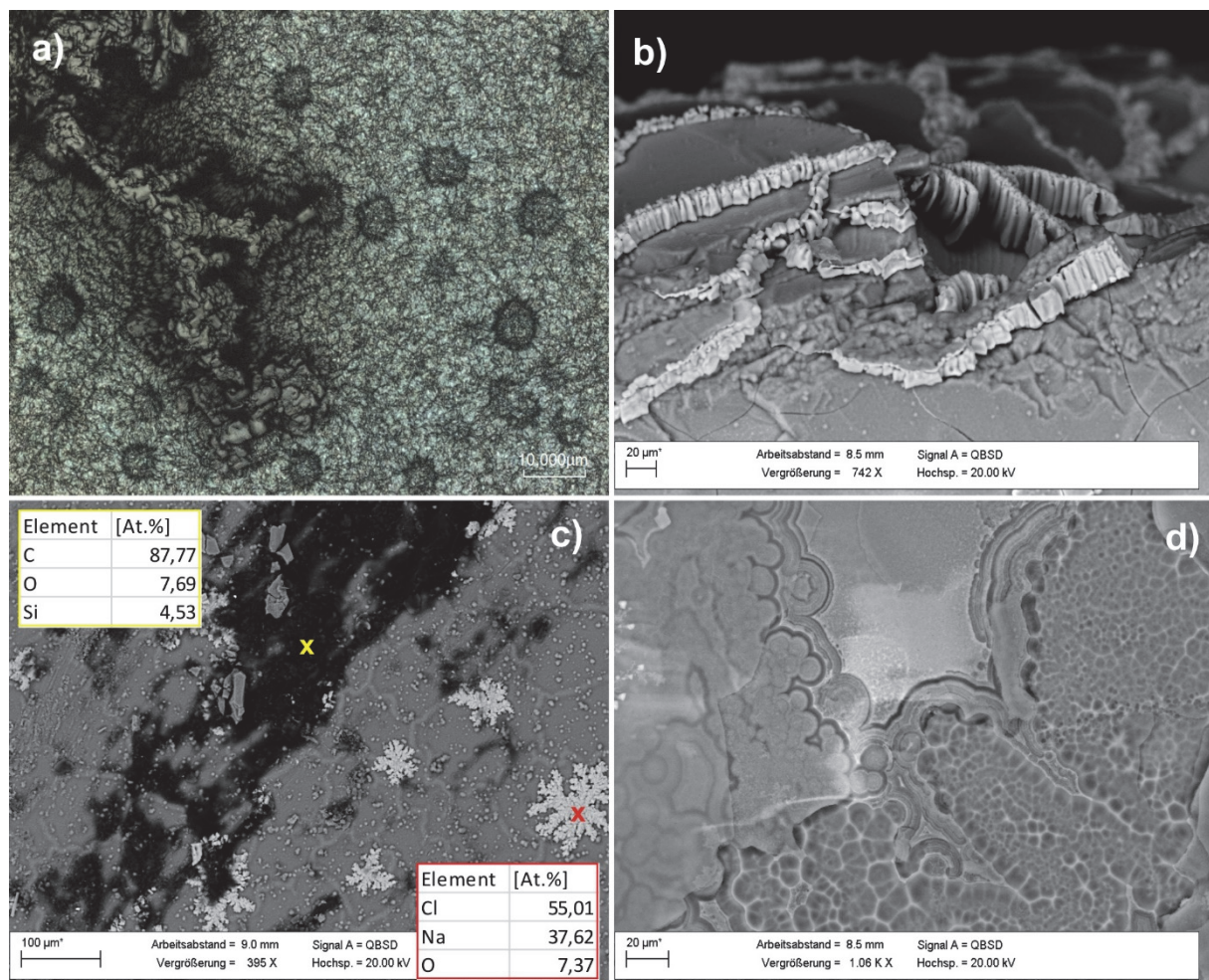


Abbildung 103: a), b), c) und d) FG10 nach synthetischem Meerwasser, 105 °C.

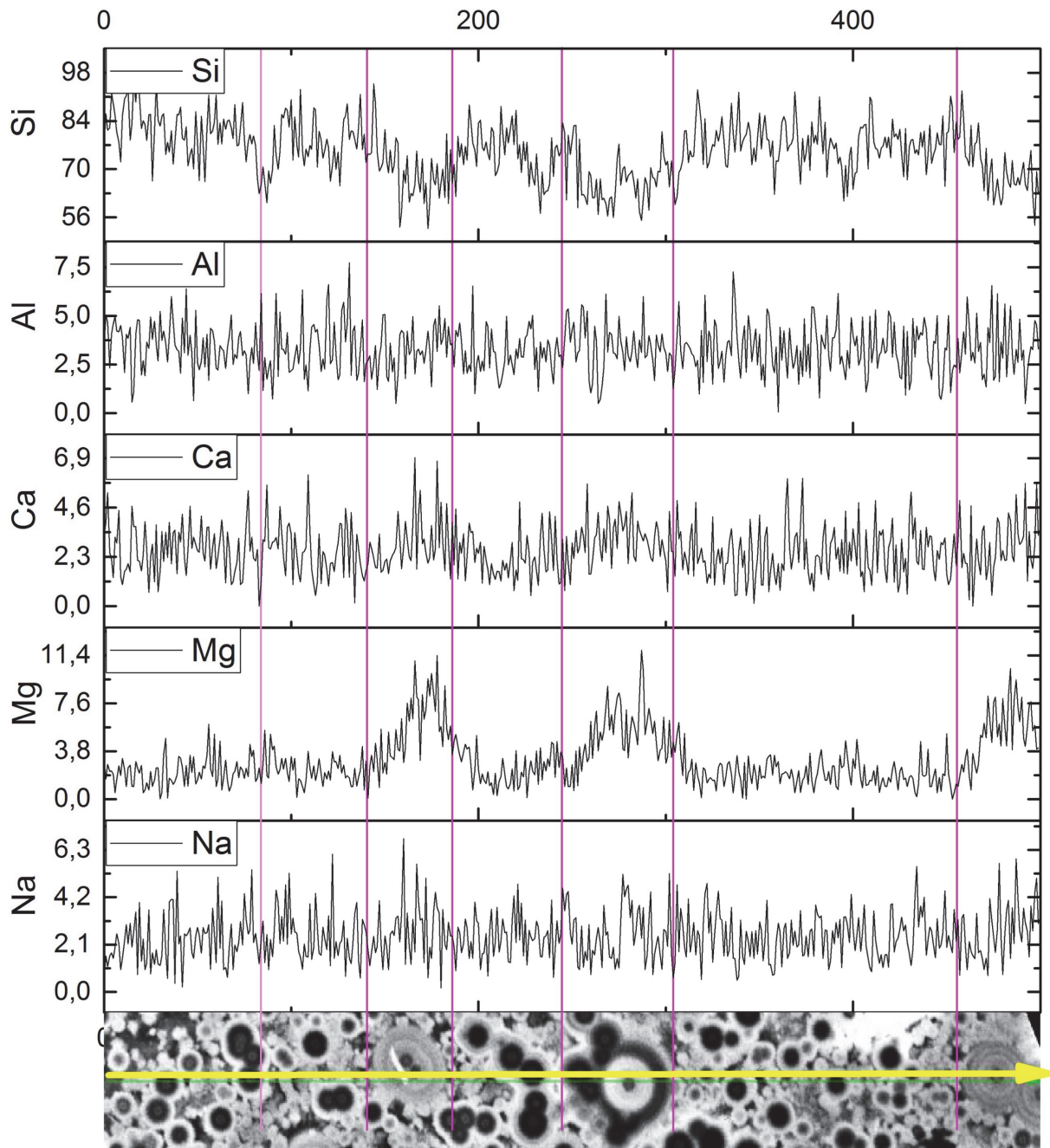


Abbildung 104: FG10 in Natriumsulfatlösung bei 60 °C. Der EDX-Linescan zeigt, dass sich in den konzentrischen Kreisen bzw. Liesegang-Ringen besonders die Konzentrationen von Mg, Na und Mg unterscheiden. Da es sich um eine an Si-angereicherte Oberflächenschicht handelt, ist der Si-Gehalt grundsätzlich ausgesprochen hoch.

4.3.5 Oberflächeneigenschaften

4.3.5.1 Härte und Sprödeheit – Bruchzähigkeit und Rissbildung

Alle Messungen in diesem Abschnitt wurden per Mikroindentation mit einer Kraftaufbringung von 500 gf (4,9 N), 1000 gf (9,8 N) sowie 2000 gf (19,6 N) durchgeführt, da eine Messung per Nanoindentation mit Kräften < 1500 mN bei der teils starken Oberflächenzerstörung der Proben nicht möglich war. Die Vergleichswerte der unbehandelten Ausgangsproben wurden ebenfalls auf diese Weise bestimmt, da ein Vergleich mit per Nanoindenter gemessenen Werten nur bedingt möglich bzw. nicht sinnvoll ist. Die Wertetabellen C1 – C4 der Proben FG1, FG8, FG9 und FG10 befinden sich im Anhang (Abschnitt C).

Es zeigt sich zunächst, dass die Härte aller Proben bei 4 °C sowie bei 20 °C grundsätzlich ansteigt. Einige leicht abfallende Werte liegen im Fehlerbereich der Messung (Probe FG10, Dampfzone Meerwasser 4 °C sowie Probe FG8, Lösungszone, Sulfatlösung 20 °C). Anders sieht es bei FG1 aus, die zum einen den geringsten Anstieg der Härte bei 4 °C zeigt und zum anderen auch bereits bei 20 °C mit einigen Härtewerten unter den Ausgangswert abfällt. Den niedrigsten Wert finden wir hier bei 20 °C in deionisiertem Wasser mit $H_V = 5,74$ GPa (Ausgangspoke: $H_V = 6,12$ GPa). FG10 zeigt besonders in Sulfatlösung bei 20 °C eine erhöhte Härte von bis zu 7,82 GPa. Bei höheren Kräften zeigt FG1 eine besonders starke Variabilität der Härtewerte bei 60 °C und 85 °C. FG9 zeigt, bis auf die Proben im Meerwasser-Lösungsbereich, deutlich erhöhte Härten im Vergleich mit der Ausgangspoke. Die Schwierigkeit dieser Messungen ist, dass die teilweise sehr starken Verkrustungen auf manchen Proben bereits vom Glas delaminiert waren, sodass eine Indentermessung auf der „frischen Oberfläche“ des Bulkglases erfolgte. Eine sehr niedrige Härte wie beispielsweise bei FG1 deutet auf eine noch vorhandene alterierte Glasoberfläche hin. Bei 105 °C zeigt lediglich FG1 eine erhöhte Härte, bei allen weiteren Proben ist die Härte hier mehr oder weniger stark reduziert.

Die Bruchzähigkeit K_{IFT} weicht in den meisten Fällen nicht sonderlich vom Wert der Ausgangsproben ab (vergl. Abbildung 105). Bei FG1 steigt der Wert im Temperaturverlauf bis 60 °C tendenziell an um dann wieder leicht unter den Ausgangswert abzufallen. Bei FG8 kann hingegen der gegenteilige Trend beobachtet werden. Bei 85 °C zeigen beide Natriumsulfat-Proben höhere Wert bis hin zu $K_{IFT} = 1 \text{ MPa m}^{-1/2}$, wie auch die Dampfproben aus deion. Wasser und Sulfatlösung. Auch der Risswiderstand einiger Proben bei 4 °C bzw. 20 °C ist erhöht, dies ist bei den Dampfproben aus deion. Wasser und Natriumsulfatlösung der Fall. Ein ähnliches Bild zeigt FG10, hier weisen die Dampfproben aus deion. Wasser und Meerwasser

bei 4 °C eine höhere Bruchzähigkeit auf, ebenso die Dampfprobe Meerwasser bei 60 °C und die Dampfprobe deion. Wasser bei 85 °C. Ein anderes Bild zeigt FG9, die ab 60 °C deutlich streuende Werte zeigt. Hier erreichen die Dampfproben aus Meerwasser die höchsten Werte mit bis zu $K_{IFT} = 1,6 \text{ MPa m}^{-1/2}$. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass besonders die Gläser aus der Dampfzone eine teils stark erhöhte Bruchzähigkeit aufweisen. Vergleicht man diese Ergebnisse mit denen der FT-IRRS-Messungen fällt auf, dass die Proben mit erhöhter Bruchzähigkeit fast ohne Ausnahme keine nennenswerten Banden mehr im Bereich LO_3 und TO_3 zeigen, somit also von einer amorphen Gelschicht und rauer Oberfläche auszugehen ist (vergl. Abschnitt 4.3.6.2).

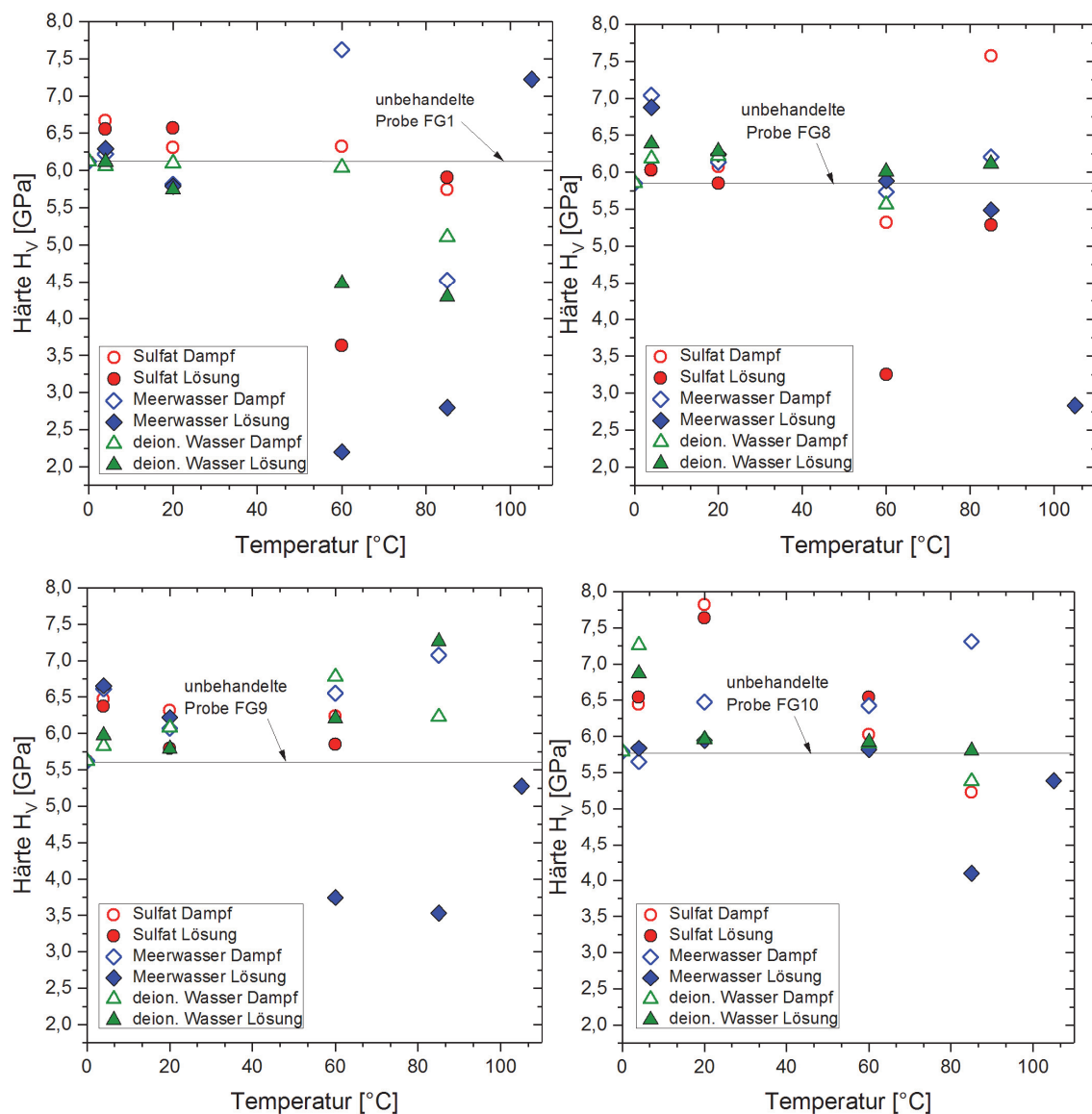


Abbildung 105: Härte: Ergebnisse der mechanischen Beprobung (Indenter 500 – 2000 gf) an Probe FG1, FG8, FG9 und FG10 nach 500 Tagen Langzeitversuch.

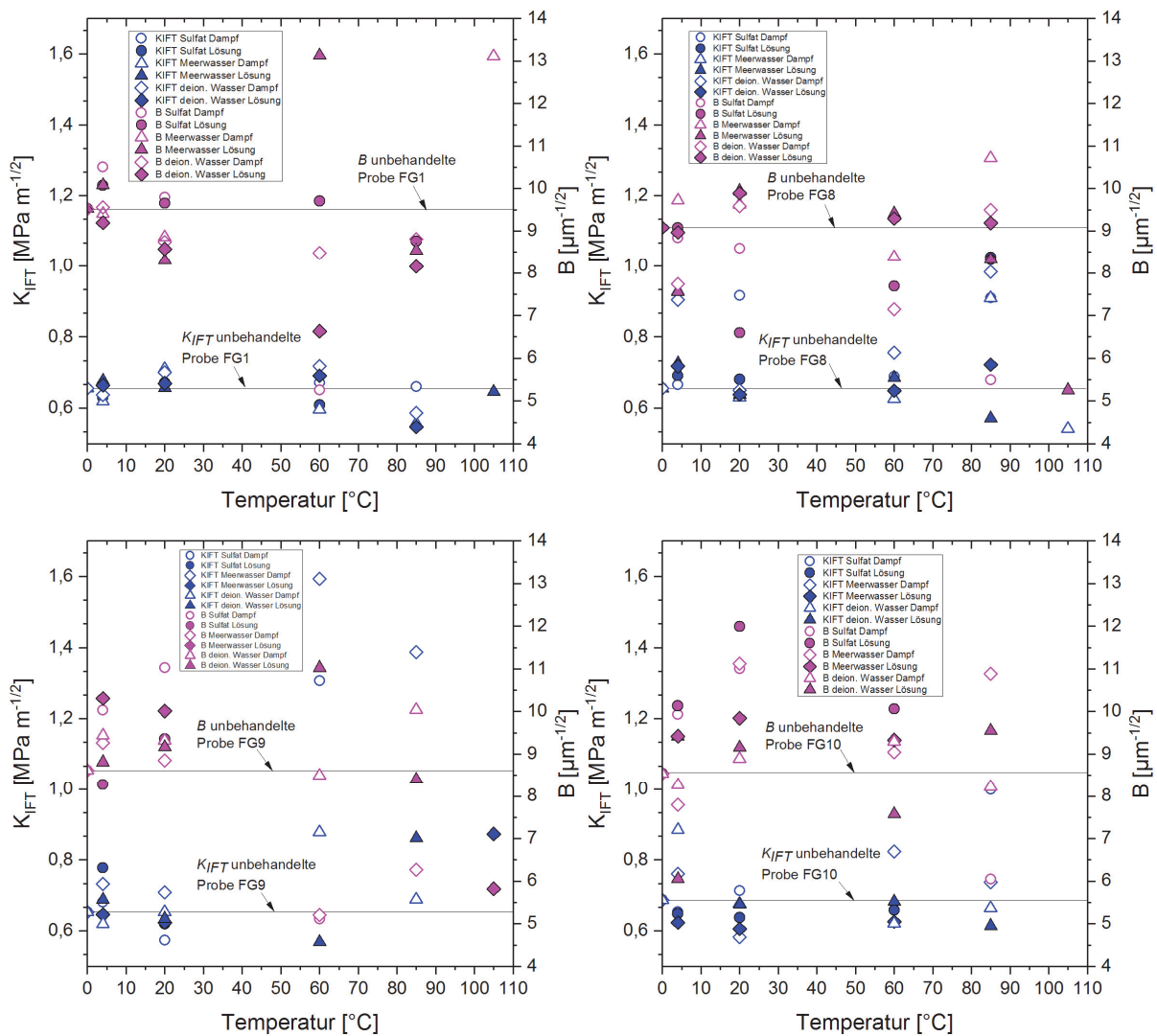


Abbildung 106: Bruchzähigkeit (K_{IFT}) und Sprödheit (B): Ergebnisse der mechanischen Beprobung (Indenter 500 – 2000 gf) an Probe FG1, FG8, FG9 und FG10 nach 500 Tagen Langzeitversuch.

Die Sprödheit B der Gläser sinkt bei FG1 und FG8 mit steigender Temperatur tendenziell unter den Ausgangswert ab, bei FG9 und FG10 finden sich vermehrt Werte über dem Ausgangswert. Auch hier gibt es jedoch wieder einige Ausreißer, so liegt der niedrigste Wert bei FG1 in der Sulfatlösungszone bei 60 °C bei nur $B = 5,26 \mu\text{m}^{-1/2}$, während der Wert für Meerwasser bei der gleichen Temperatur in der Dampfzone bei $B = 13,12 \mu\text{m}^{-1/2}$ liegt, ebenso hoch ist der entsprechende Wert für die Meerwasserprobe in der Lösungszone bei 105 °C. FG8 zeigt die niedrigste Sprödheit bei höheren Temperaturen in der Lösungszone, $B = 5,50 \mu\text{m}^{-1/2}$ nach Sulfatlösung bei 85 °C und $B = 5,25 \mu\text{m}^{-1/2}$ nach Meerwasser bei 105 °C. Der höchste Wert findet sich hier nach Dampfzone deion. Wasser 85 °C mit $B = 9,50 \mu\text{m}^{-1/2}$. FG9 zeigt bei 60 °C den Wert $B = 5,11 \mu\text{m}^{-1/2}$ (Sulfatlösung Dampfzone), im Lösungsbereich sind nach Meerwasser und Sulfatlösung bereits ab 60 °C keine Risse und somit keine

Sprödheit mehr messbar. FG10 zeigt insgesamt höhere Werte, die höchste Sprödheit tritt nach Meerwasser Dampfzone 20 °C mit $B = 11,13 \mu\text{m}^{-1/2}$ auf. Auch hier ist die Rissbildung und somit die Sprödheit bei einigen Proben besonders in der Lösungszone ab 60 °C (Sulfatlösung) bzw. ab 85 °C (Meerwasser) nicht mehr messbar.

Abbildung 107 bis Abbildung 110 zeigen Darstellungen der Rissinitiierungswahrscheinlichkeit der vier Proben im Langzeitexperiment. In der Regel werden solche Kurven beginnend mit deutlich niedrigerer Kraft und mit geringeren Schrittweiten in der Kraftaufbringung angefertigt, um eine aussagekräftige Kurve zu erhalten. Dies war bei diesen Proben auf Grund der stark alterierten Probenoberfläche nicht möglich. Trotzdem bietet diese Darstellung zum einen anhand der ablesbaren *CR* einen Vergleich der Proben untereinander, sowie einen Vergleich der alterierten Proben mit ihrer ebenfalls eingetragenen unbehandelten Ausgangsprobe. Gemessen wurde bei einer Kraftaufbringung von 4,9 N, 9,8 N und 19,6 N.

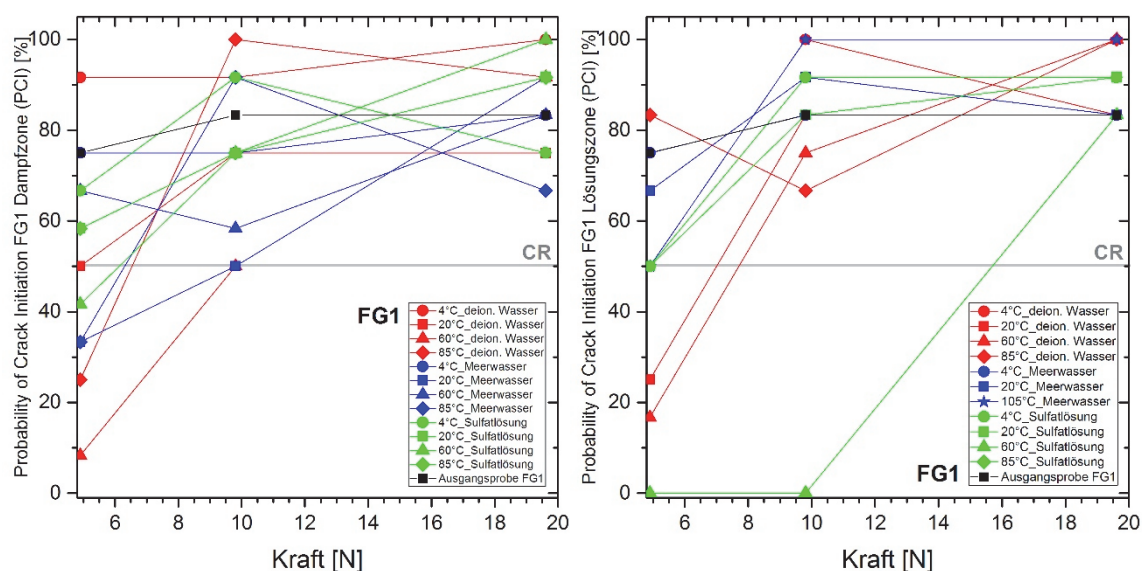


Abbildung 107: Rissinitiierungswahrscheinlichkeit (*PCI*) der Probe FG1 in Dampfzone (links) und Lösungszone (rechts). Die Ausgangsprobe ist zum Vergleich in schwarz ebenfalls dargestellt.

Abbildung 107 zeigt, dass die *PCI* bei FG1 nach Einlagerung in der Dampfzone deutlich mehr Varianz zwischen den Proben verschiedener Temperaturen aufweist, als dies nach Einlagerung in der Lösungszone der Fall ist. Trotzdem haben unter beiden Lagerungsbedingungen alle Proben die *CR* bei 9,8 N erreicht (einzige Ausnahme: 60 °C Sulfatlösungszone: Rissanzahl = 0), die *PCI* liegt im Lösungsbereich bei allen Proben nach 19,6 N Kraftaufbringung > 80 %. FG8 zeigt eine ähnliche Varianz nach der Dampfzone, doch ist hier die *PCI* deutlich niedriger als bei FG1, einige Proben zeigen nach 4,9 N gar keine Rissbildung (deion. Wasser 4 °C und 85 °C sowie Sulfatlösung 20 °C). Des Weiteren ist die *CR* bei allen Proben

erst nach 19,6 N erreicht, bei Sulfatlösung 85 °C liegt die *PCI* bei gerade 50 %, bei deion. Wasser 20 °C und Meerwasser 60 °C erreicht sie 100 %. Bis auf Meerwasser 85 °C zeigt sich in der Lösungszone eine insgesamt höhere *PCI*, *CR* wird nach 9,8 N erreicht (vergl. Abbildung 108).

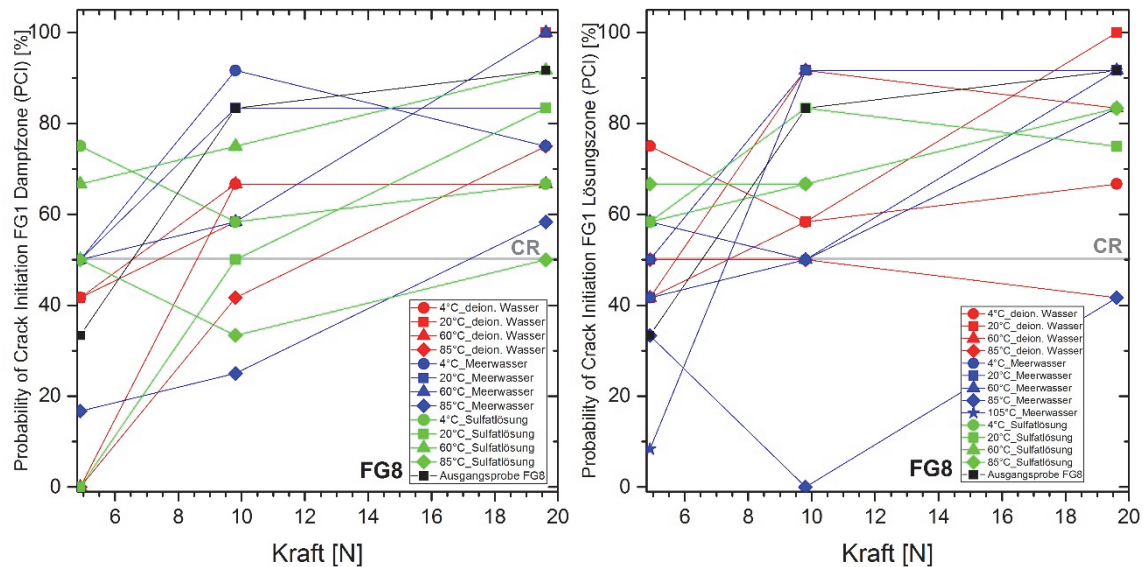


Abbildung 108: Rissinitiierungswahrscheinlichkeit (*PCI*) der Probe FG8 in Dampfzone (links) und Lösungszone (rechts). Die Ausgangsprobe ist zum Vergleich in schwarz ebenfalls dargestellt.

Ein sehr ähnliches Bild zeigt FG9 in Abbildung 109. Auch hier wird *CR* in der Dampfzone erst nach 19,6 N für alle Proben erreicht, deion. Wasser 20 °C hat bei dieser Kraftaufbringung eine *PCI* von 100 %. In der Lösungszone ist *CR* wiederum nach 9,6 N erreicht.

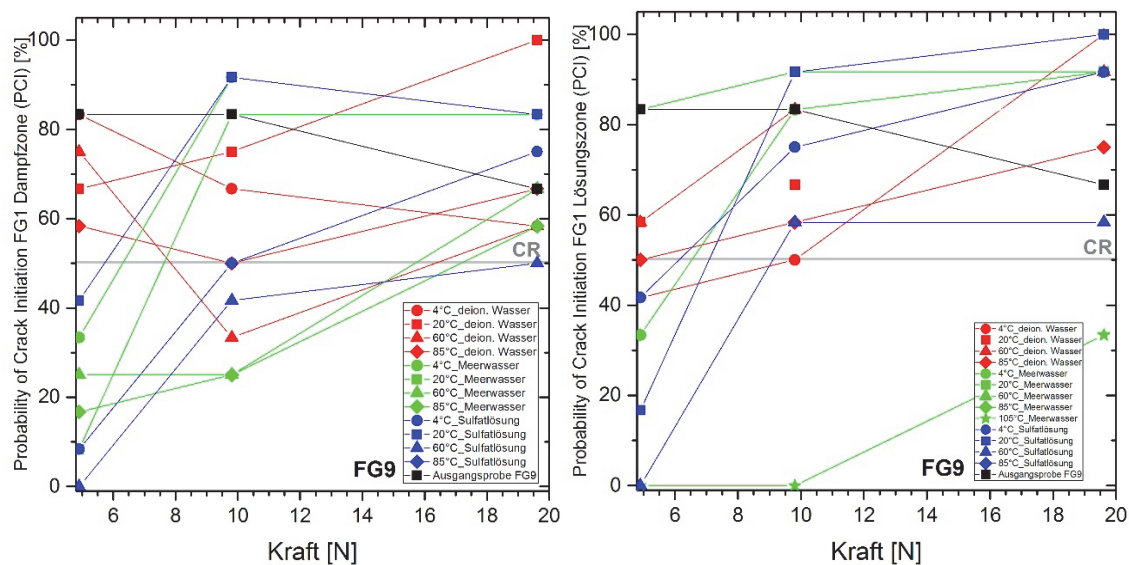


Abbildung 109: Rissinitiierungswahrscheinlichkeit (*PCI*) der Probe FG9 in Dampfzone (links) und Lösungszone (rechts). Die Ausgangsprobe ist zum Vergleich in schwarz ebenfalls dargestellt.

Abbildung 110 zeigt, dass FG10 einen etwas anderen Verlauf in der quantitativen Rissbildung hat. Hier haben alle Proben in der Dampfzone bei 9,6 N die *CR* überschritten (einzige Ausnahme: deion. Wasser bei 60 °C mit *PCI* = 0 %) und die *PCI* erhöht sich bei höherer Kraftaufbringung nur noch geringfügig, während in der Lösungszone bis auf die Meerwasserproben alle Proben bereits bei 9,6 N eine *PCI* > 80 % aufweisen, die bei weiterer Kraftaufbringung sogar wieder reduziert wird. Hier ist jedoch zu beachten, dass einige Proben auf Grund stark alterierter Oberfläche mit der angewandten Messmethode gar nicht ausgewertet werden konnten und somit Daten fehlen.

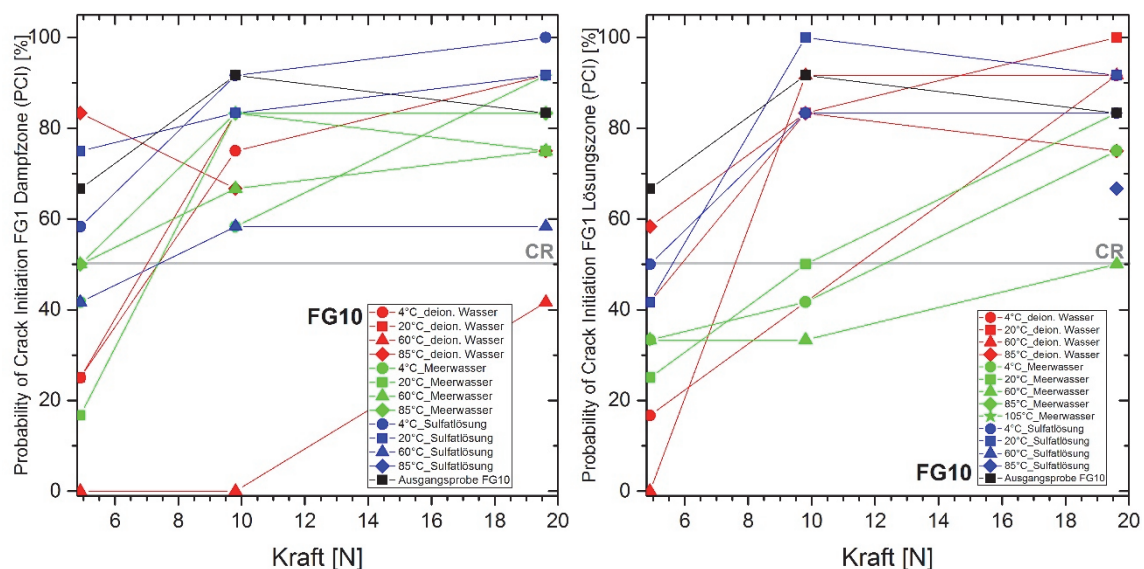


Abbildung 110: Rissinitiierungswahrscheinlichkeit (*PCI*) der Probe FG10 in Dampfzone (links) und Lösungszone (rechts). Die Ausgangsprobe ist zum Vergleich in schwarz ebenfalls dargestellt.

4.3.5.2 Tiefenprofile der Glasoberflächen von FG1 und FG8 (SNMS)

Aus ökonomischen Gründen wurden lediglich Probe FG1 und FG8 zu vergleichenden Untersuchungen bezüglich der Auslaugung und zur Erstellung eines Tiefenprofils herangezogen. Diese beiden Proben zeichnen sich besonders durch ihren unterschiedlichen Al_2O_3 -Gehalt aus. Während FG1 lediglich 0,83 Gew% Al_2O_3 aufweist, sind es bei FG8 1,97 Gew%.

Probe FG1 zeigt in allen Lösungen sowohl in Dampf- als auch in der Lösungszone eine deutlich tiefere Auslaugung bzw. einen stärkeren Korrosionsfortschritt als FG8. Abbildung 111 bis Abbildung 113 kann in diesem Zusammenhang zwar die Gesamtläugungstiefe darstellen, enthält jedoch keine weiteren Informationen über das Tiefenprofil einzelner Elemente selbst. Die exakten Tiefenprofile befinden sich im Anhang C.

Das Glas wird im Tiefenprofil in drei Bereiche unterteilt: Sekundärphasen, Gelschicht und Ausgangsglas (vergl. Abbildung 114). Der Bereich der *Sekundärphasen* umfasst hierbei Präzipitate, aber auch Si-Kolloide in oberflächennahen Schichten sowie dadurch bedingte Anreicherung bestimmter Elemente und ähnliche Vorgänge die direkt mit der angreifenden Lösung bzw. lokalen pH-Wert- oder Löslichkeitsproduktänderungen in Zusammenhang stehen. Der Bereich *Gelschicht* bezeichnet den Übergangsbereich zwischen oberflächennahen Schichten und dem Ausgangs- bzw. Bulkglas, hier sind mobile Ionen wie Na, Ca, K oder Mg an- bzw. abgereichert und hinterlassen das poröse Glasnetzwerk, d. h. Si ist mehr oder weniger stark angereichert. Der letzte Bereich *Ausgangsglas* bezeichnet nun das ursprüngliche, noch nicht von Korrosion betroffene Glas.

Es handelt sich hierbei um eine recht einfache Zusammenfassung der durch Korrosion entstandenen Zonierung des oberflächennahen Glasbereichs. Eine genauere Darstellung ist jedoch bei der teils starken Zerstörung und sehr fortgeschrittenen Alteration der Gläser kaum möglich. Darüber hinaus gibt es natürlich auch weitere kleinere, teilweise hydratisierte Übergangszonen zwischen diesen Schichten. Für eine bessere Lesbarkeit des Profils wurden die SNMS-Tiefenprofile der Bereiche Sekundärphasen und Gelschicht gegen das Ausgangsglas ins Verhältnis gesetzt, die Diagramme zeigen also die Veränderung der Elementkonzentrationen gegenüber dem Ausgangsglas an.

FG1 ist gegenüber FG8 tiefer ausgelaugt, was bei niedrigen Temperaturen von 4 °C und 20 °C zunächst weniger deutlich ausgeprägt ist. Die Gesamtlaugungstiefe in deionisiertem Wasser beläuft sich für 4 °C sowohl für Dampf- als auch Lösungszone auf ~ 60 nm.

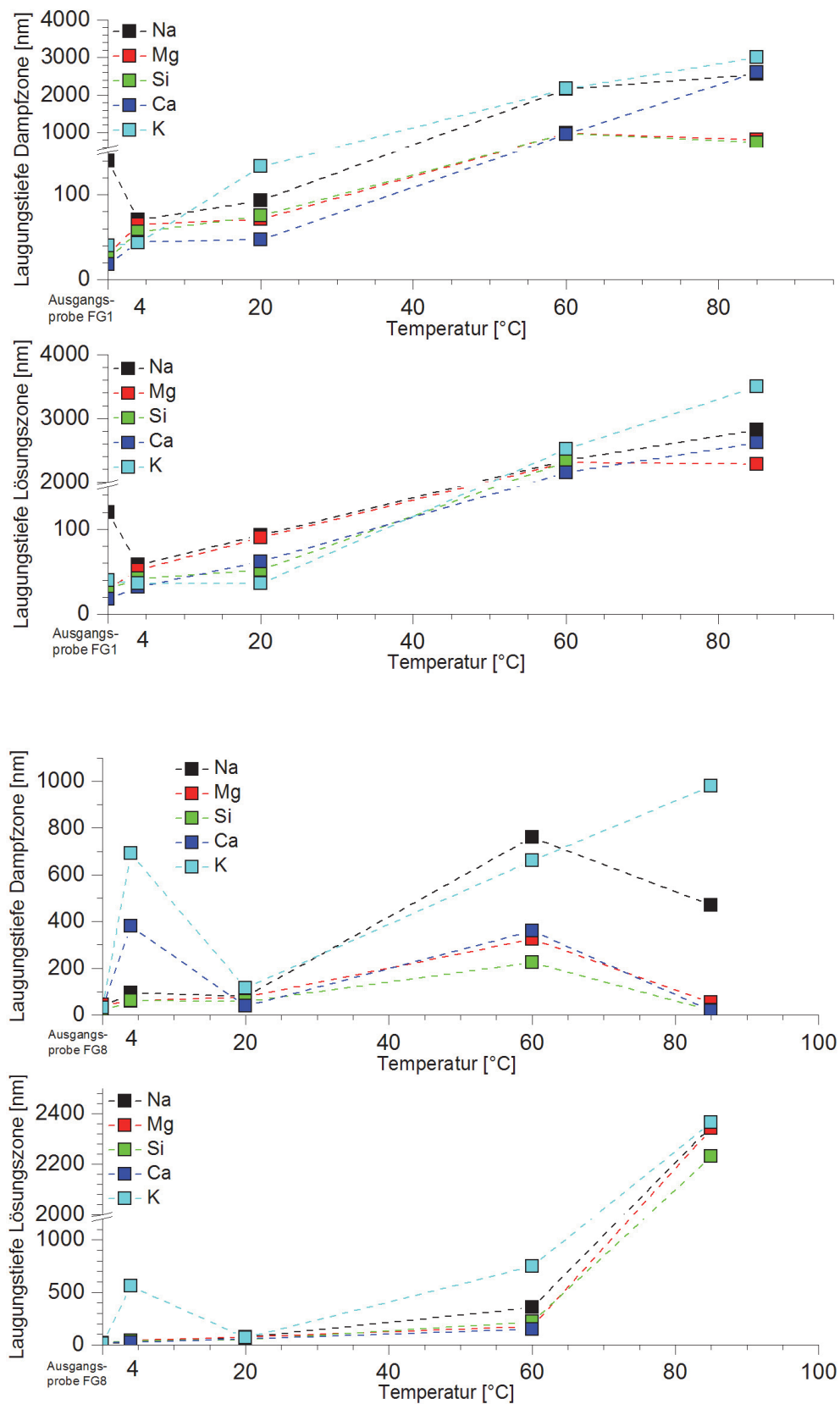


Abbildung 111: Luftseite der Probe FG1 (obere zwei Diagramme, Dampfzone ganz oben, Lösungszone darunter) und FG 8 (untere zwei Diagramme, Dampfzone oben, Lösungszone darunter) 500 Tage in deionisiertem Wasser.

Bei 20 °C erhöht sich diese Tiefe auf 90 nm in der Dampfzone und 70 nm in der Lösungszone, wobei die Zone der Sekundärphasen sich bereits auf 30 nm Dicke ausweitet und Veränderungen sichtbar werden. Bei 60 °C liegen die Laugungstiefen schließlich bei > 2000 nm, bei 85 °C bei > 2500 nm.

FG8 zeigt bereits bei 4 °C eine geringere Laugungstiefe von ~ 40 nm, die dann bei 20 °C auf 60 bis 70 nm steigt. Bei 60 °C ist die FG8 bis ~ 700 nm (Dampfzone) bzw. ~ 800 nm (Lösungszone) ausgelaugt, bei 85 °C steigt dieser Wert erneut auf ~ 100 nm (Dampfzone) bzw. 2300 nm (Lösungszone). K ist in FG8 bis in weite Tiefen angereichert, während das sehr mobile Na-Ionen häufig nicht bis in ähnliche Tiefen ausgelaugt wurde. FG1 zeigt eine stärkere Korrelation zwischen Na und K Laugungstiefe.

Nach Einlagerung in synthetischem Meerwasser zeigt besonders Probe FG1 derart unregelmäßige Laugungskurven, dass es teilweise nur schwer möglich ist, diese den drei festgelegten Zonen zuzuordnen. Bei 4 °C ist die Probe in der Dampfzone bis 50 nm Tiefe ausgelaugt, in der Lösungszone bis ~ 30 nm. Während dieser Wert in Lösung bei 20 °C moderat auf ~ 90 nm ansteigt, geht die Laugung in der Dampfzone sprunghaft bis in eine Tiefe von > 1000 nm voran. Dieser Trend setzt sich bei höheren Temperaturen fort bis auf ~ 2500 nm (60 °C, Dampfzone) und 10500 nm (60 °C, Lösungszone) und im weiteren Verlauf bis ~ 7900 nm (85 °C, Dampfzone) und ~ 7100 nm (85 °C, Lösungszone). Die Zone der Sekundärphasen ist eher geringmächtig ausgeprägt und zeigt keine stark alternierenden Elementkonzentrationen in das Glas hinein, Anreicherungen findet man hauptsächlich direkt im nahen Oberflächenbereich. Anders sieht dies bei der Probe nach 105 °C in synthetischem Meerwasser aus. Hier ist die Zone der Sekundärphasen auf > 4500 nm angewachsen, die Gesamtlauungstiefe liegt bei ~ 8500 nm.

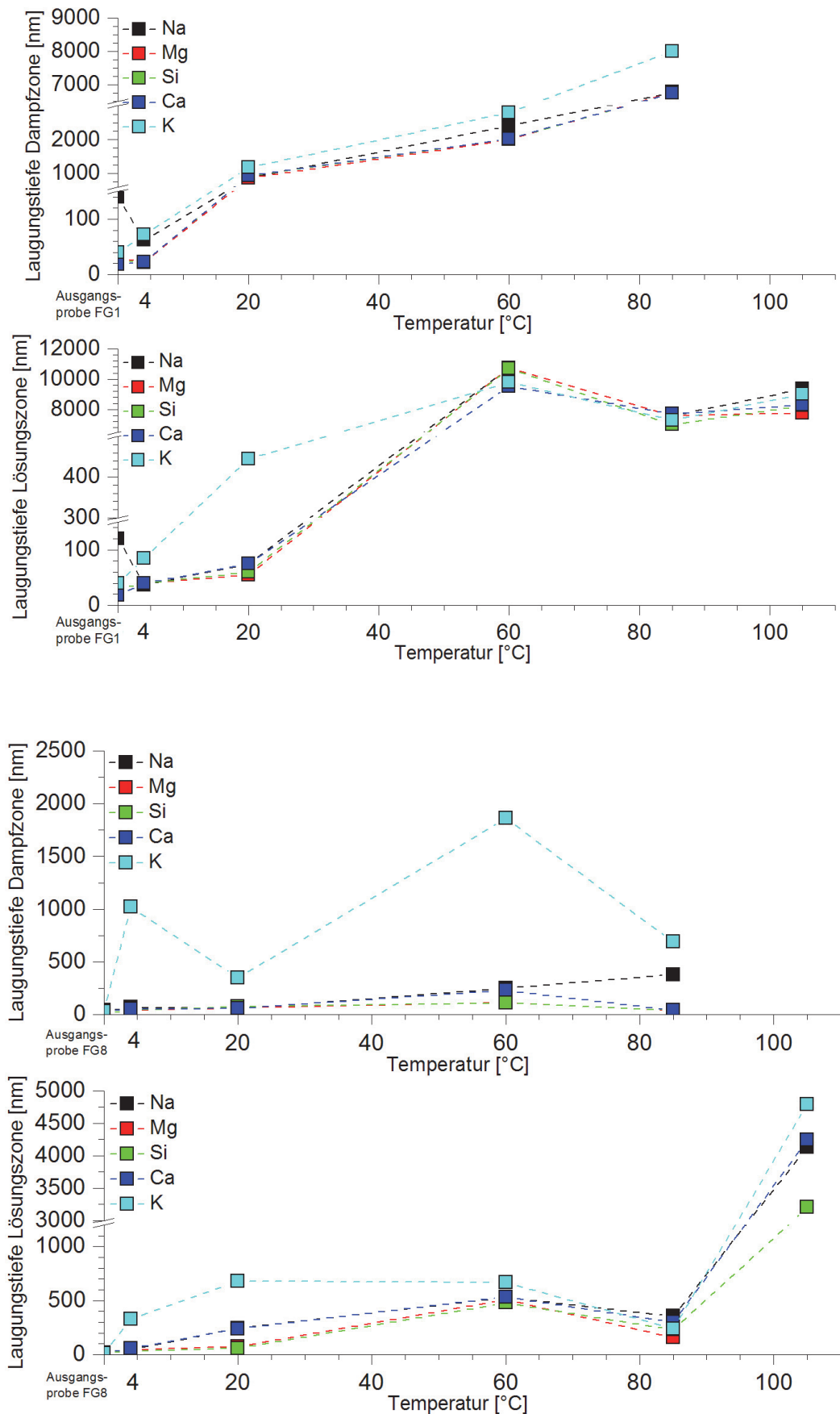


Abbildung 112: Luftseite der Probe FG1 (obere zwei Diagramme, Dampfzone ganz oben, Lösungszone darunter) und FG 8 (untere zwei Diagramme, Dampfzone oben, Lösungszone darunter) 500 Tage in synthetischem Meerwasser.

FG8 zeigt insgesamt eine geringe Laugungstiefe. Bei 40 °C in synthetischem Meerwasser liegt diese bei < 50 nm für Dampf- und Lösungszone, bei 20 °C steigt dieser Wert nur gering auf > 50 nm an. Bei 60 °C wird in der Dampfzone bis in eine Tiefe von ~ 200 nm ausgelaugt, während der Prozess in der Lösungszone mit einer Tiefe von ~ 650 nm deutlich weiter fortgeschritten ist. Außerdem zeigen sich hier alternierende Elementkonzentrationen im Bereich der Sekundärphasen bis in eine Tiefe von 100 nm. Bei 85 °C ist die Probe in der Dampfzone bis ~ 400 nm ausgelaugt, während die Probe der Lösungszone bereits bis in eine Tiefe von > 1800 nm Veränderungen zeigt. Im Vergleich zu den anderen Proben der Serie FG8 in Meerwasser weist diese Messung eine deutliche Abreicherung von Ca sowie eine Anreicherung von Mg in der Gelschicht auf. Die Probe nach 105 °C zeigt eine Laugung bis in eine Tiefe von ~ 5000 nm, wobei besonders K in der Gelschicht stark abgereichert ist.

FG1 verhält sich zunächst in Sulfatlösung ähnlich wie in deionisiertem Wasser. Allerdings werden die größten Auslaugungstiefen nach 60 °C erreicht (Dampfzone ~ 3100 nm, Lösungszone ~ 3500 nm), während sie bei 85 °C wieder geringmächtiger erscheinen (Dampfzone ~ 1600 nm, Lösungszone ~ 300 nm). Auffällig ist, dass nach 60 °C in Lösung eine deutliche Mg-Anreicherung bis in 2000 nm Tiefe stattfindet, während nach 85 °C in Lösung zwar eine nur sehr geringe Laugungstiefe von 300 nm erreicht wird, die nahe Oberfläche jedoch alternierende Elementkonzentrationen aufweist, was auf eine insgesamt sehr undurchlässige Oberflächenschicht hindeutet. Dies kann wiederum weitere Laugung hemmen. Zu bemerken ist außerdem, dass bei FG8 in Meerwasser und Sulfatlösung besonders bei 60 °C und in deion. Wasser bei 85 °C die K-Anreicherungstiefe deutlich weiter geht, als die Konzentrationsveränderungen aller anderen Ionen (vergl. Abbildung 111 bis Abbildung 113). Bezieht man sich auf die vorgenommene Einteilung in drei Korrosionsbereiche, so reicht die K-Anreicherung oft noch weit ins Ausgangsglas hinein, eine Absenkung auf die Konzentration im Bulk-Glas erfolgt nur langsam.

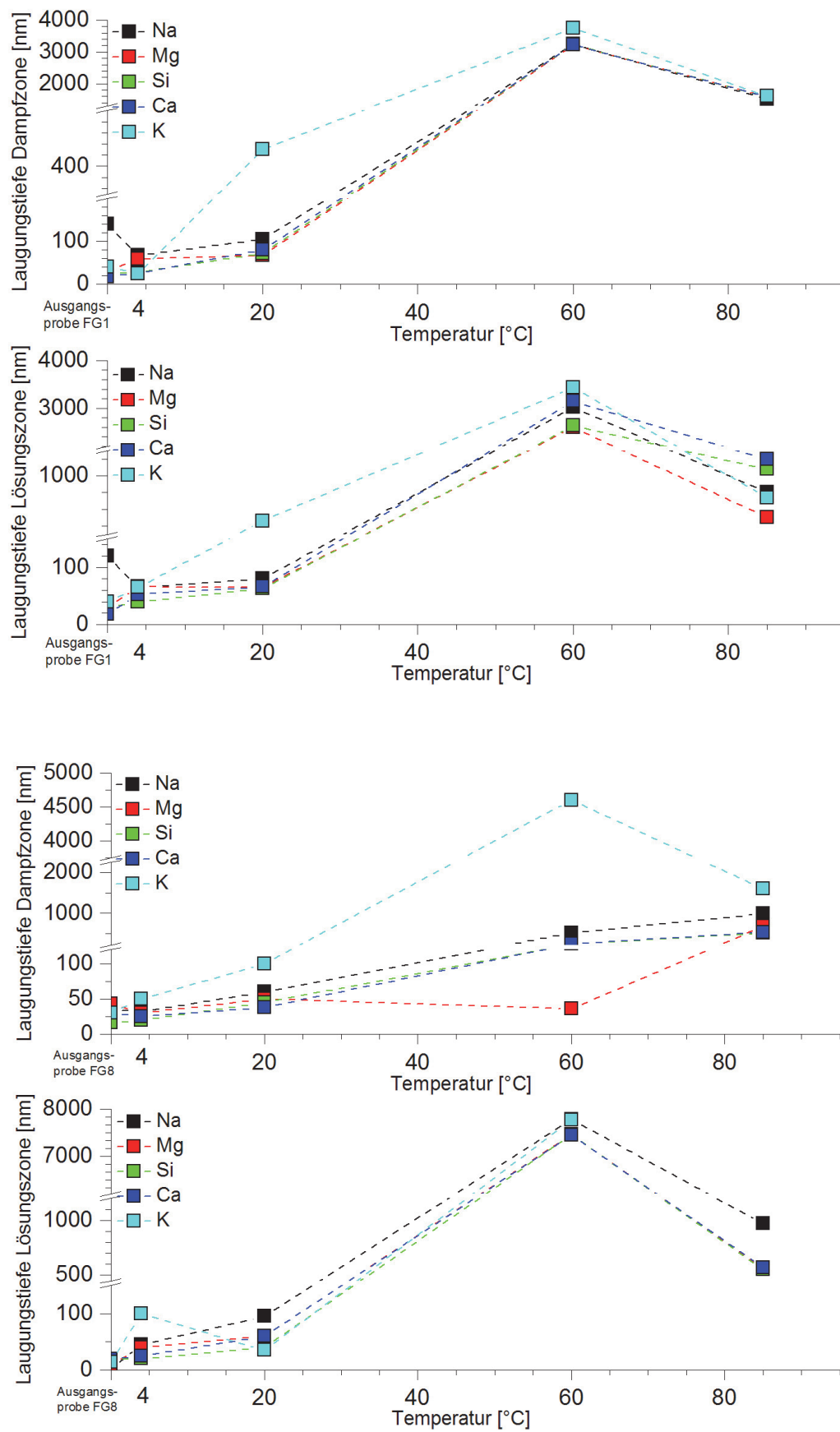


Abbildung 113: Luftseite der Probe FG1 (obere zwei Diagramme, Dampfzone ganz oben, Lösungszone darunter) und FG 8 (untere zwei Diagramme, Dampfzone oben, Lösungszone darunter) 500 Tage in Sulfatlösung.

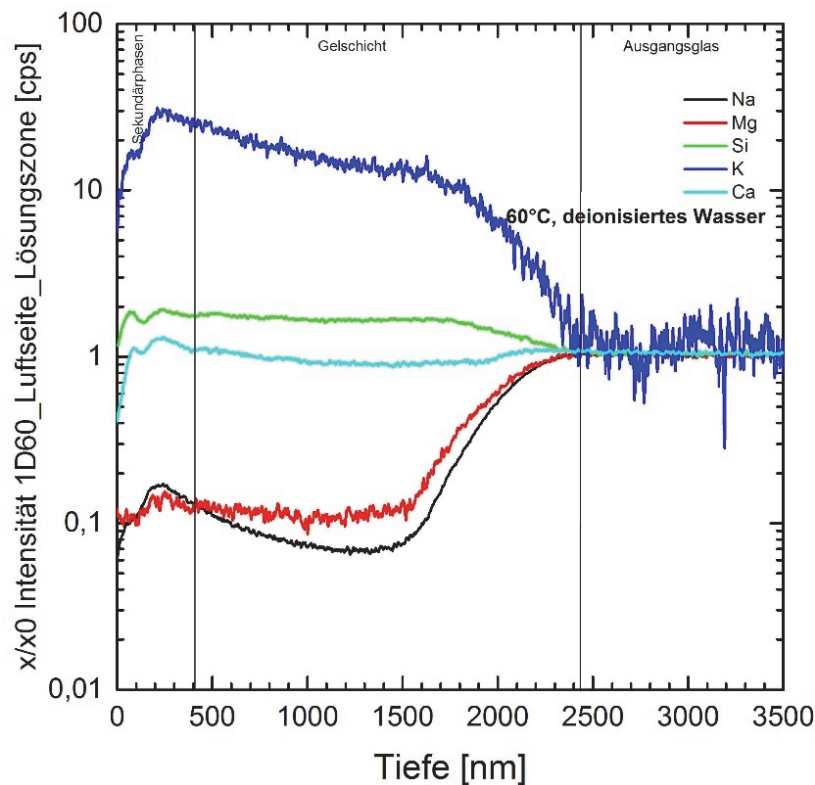


Abbildung 114: Beispielhafte Abbildung für ein Profil (alle weiteren Profile befinden sich im Anhang). Die Zone der Sekundärphasen zeigt Abreicherung besonders von K, Na und Ca an der direkten Glasoberfläche, danach eine alternierende Elementkonzentration im Bereich der Sekundärphasen. In der Gelschicht sind Si und K angereichert, während Na und Mg abgereichert sind, ab ~ 2500 nm ist das Ausgangsglas erreicht.

4.3.6 Optische Eigenschaften

4.3.6.1 Transmission und Reflexion

Die Transmissivität der Proben verändert sich temperaturabhängig, wobei sowohl eine Erhöhung als auch Reduzierung stattfinden kann. Alle Transmissions- und Reflexionskurven befinden sich im Anhang C. Die Messungen wurden mit Ulbricht-Sphäre durchgeführt.

FG1 zeigt in deion. Wasser erst bei 60°C deutliche Veränderungen in der Transmissivität. Während die Probe aus der Dampfzone einen geringeren Wert von $T_s = 81,93\%$ aufweist, steigt ihr Pendant aus der Lösungszone auf $T_s = 92,01\%$ an (vergl. Abbildung 115). Bei einer Temperatur von 85°C kehrt sich dieser Effekt völlig um, während die Probe der Dampfzone nun $T_s = 91,64\%$ zeigt, sind es bei der Lösungszoneprobe nur noch $T_s = 64,08\%$. In

Meerwasser zeigt sich eine deutliche Erhöhung bei 20 °C in Lösung auf $T_s = 93,98 \%$, daraufhin erfolgt jedoch ein nahezu konstanter Abfall auf bis zu $T_s = 79,43 \%$ bei 105 °C in der Lösungszone. In Sulfatlösung zeigt die Probe FG1 ihren tiefsten Knick bei 60 °C, hier liegt T_s nur noch bei 58,05 % in der Lösungszone.

FG8 weist in deion. Wasser in der Dampfzone eine erhöhte Transmissivität von 90,11 % nach 85 °C auf, während die Probe in der Lösungszone bei 85 °C die geringste Transmissivität von 87,96 % zeigt. In Meerwasser fällt T_s in Lösung stark auf 65,92 % ab, während die Abnahme auf einen Wert von $T_s = 86,99 \%$ in der Dampfzone bei 85 °C vergleichsweise gering ausfällt. In der Natriumsulfatlösung kommt es bei 20 °C und 60 °C in der Lösungszone zu einer Erhöhung der Transmissivität auf $T_s > 90 \%$, gleichzeitig ist die Reflexion geringer als bei der Ausgangsprobe ohne Behandlung (vergl. Abbildung 115).

FG9 zeigt in deion. Wasser sowohl in der Dampf- als auch in der Lösungszone bei 60 °C zunächst eine Erhöhung der Transmissivität auf $T_s = 90,94 \%$ (Dampfzone) bzw. $T_s = 94,71 \%$ (Lösungszone), ehe sie dann wiederum bei 85 °C auf $T_s = 83,32 \%$ (Dampfzone) bzw. $T_s = 72,90 \%$ (Lösungszone) abfällt (vergl. Abbildung 116). Die niedrige Transmissivität ist in beiden Fällen mit einer Erhöhung der Reflexion und einer Erhöhung des Streulichtanteils verbunden. Im synthetischen Meerwasser zeigt sich in der Dampfzone eine nahezu konstante Abnahme bis auf $T_s = 83,98 \%$ bei 85 °C, während in der Lösungszone zunächst eine Erhöhung auf $T_s = 90,24 \%$ bei 20 °C stattfindet. Den niedrigsten Wert findet man in der Lösungszone nach 85 °C mit $T_s = 72,13 \%$. In Natriumsulfatlösung nimmt T_s in der Dampfzone kontinuierlich auf einen Wert von $T_s = 84,02 \%$ ab, während er in der Lösungszone zunächst ganz leicht ansteigt bis auf $T_s = 89,74 \%$ bei 60 °C um dann sehr stark bei 85 °C auf $T_s = 47,21 \%$ abzufallen. Dies ist verbunden mit einer deutlichen Erhöhung der Reflexion auf $R_s = 39,79 \%$.

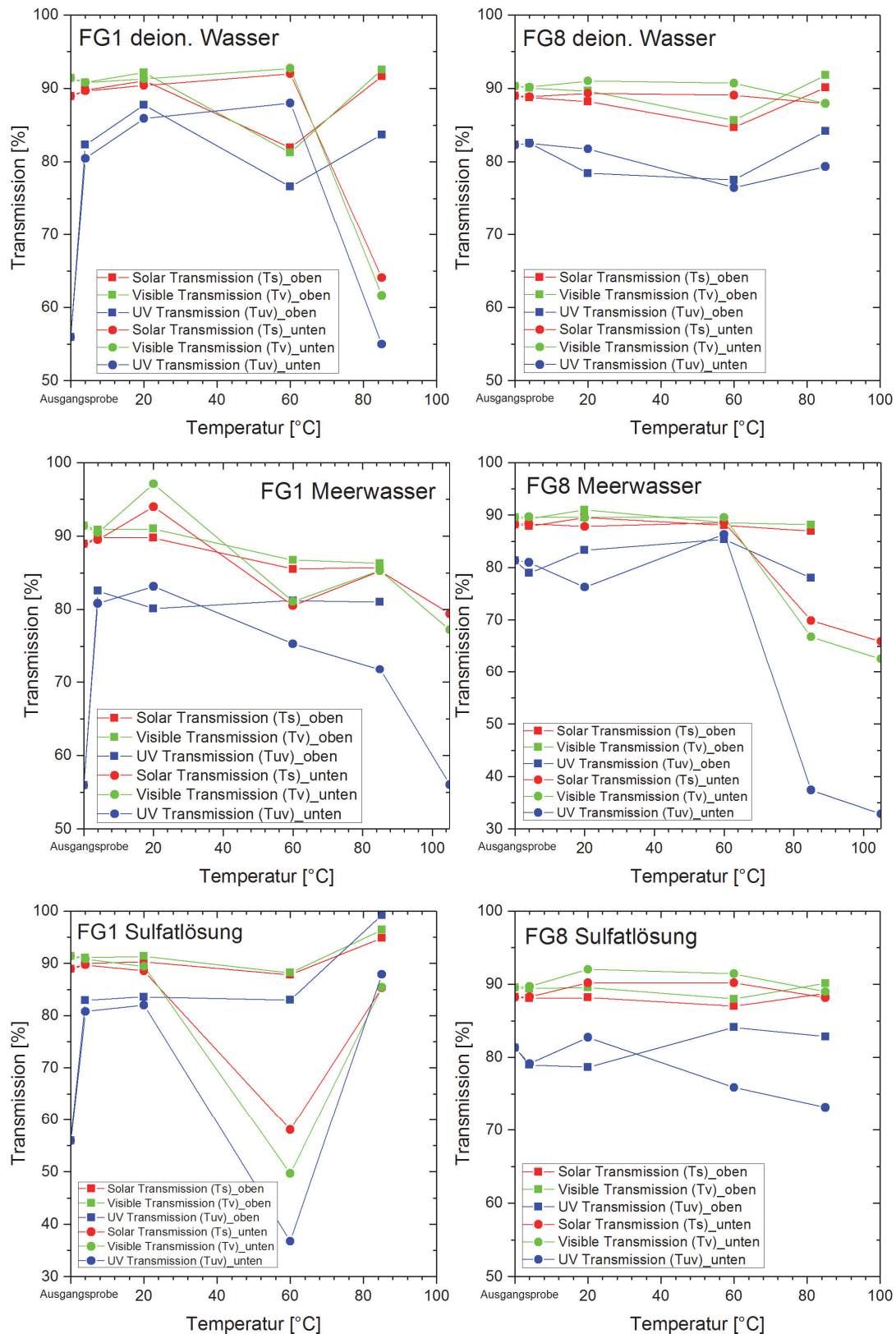


Abbildung 115: Transmission der Luftseite von Probe FG1 (linke Spalte) und FG8 (rechte Spalte) im Langzeitversuch über 500 Tage („oben“ = Dampfzone, „unten“ = Lösungszone).

FG10 zeigt in deion. Wasser keine sehr starke Veränderung in der Transmissivität, der niedrigste Wert ist bei 85 °C in der Dampfzone mit $T_s = 79,58 \%$ erreicht, der Streulichtanteil

liegt hierbei mit 69,98 % sehr hoch. In synthetischem Meerwasser findet sich der tiefste Wert im Lösungsbereich nach 105 °C bei $T_s = 70,88$ %, die Reflexion ist hier mit $R_s = 21,90$ % sehr hoch. Ebenfalls in der Lösungszone bei 20 °C kommt es zu einer Erhöhung auf $T_s = 92,27$ %. In Sulfatlösung findet man die niedrigsten Werte jeweils bei 60 °C mit $T_s = 78,30$ % (Dampfzone) bzw. $T_s = 73,62$ % (Lösungszone), starke Erhöhungen der Transmissivität finden hier nicht statt (vergl. Abbildung 116).

Die Transmission ist in einigen Fällen gegenüber dem Wert der Ausgangsprobe ohne Behandlung erhöht. Dies ist immer dann der Fall, wenn die Reflexion gegenüber der Ausgangsprobe reduziert und der Streulichtanteil der Messung hoch ist. Trifft ein hoher Streulichtanteil auf eine hohe Reflexion, kann die Transmission trotzdem stark reduziert sein, da die Reflexion hier den maßgeblichen Faktor darstellt. Hierbei korreliert die UV/Vis-Messung mit den FT-IRRS-Spektrogrammen. Die Auswertung beider Methoden zeigt, dass Proben mit geringer Reflexion (gemessen per UV/Vis-Spektrometer) im FT-IRRS-Spektrogramm keine LO_3 -Bande mehr aufweisen und die TO_3 -Bande zu höheren Wellenlängen verschoben ist (vergl. Abschnitt 4.3.6.2). Dies ist beispielsweise bei FG1 nach 20 °C Meerwasser in der Lösungszone der Fall. Steigt die Reflexion bei fortschreitender Korrosion stark an, lässt sich dies an einer erneuten Bandenausbildung von LO_3 erkennen. Solch ein Fall liegt beispielsweise bei FG1 60 °C Sulfatlösung in der Lösungszone vor.

Diese Effekte machen sich im UV/Vis-Spektrogramm besonders im unteren Wellenlängenbereich von 250 bis 1250 nm bemerkbar. Hier kann eine Probe mit hoher Reflexion auf bis zu $T_s = 40$ % abfallen, während eine Probe mit geringer Reflexion und hohem Streulichtanteil auf Werte von $T_s > 100$ % kommen kann (z.B. FG1 nach 85 °C Sulfatlösung in Dampfzone im Wellenlängenbereich 330 – 390 nm), was der Verwendung einer Sphäre geschuldet ist, aber auch Hinweise auf poröse Oberflächenschichten mit Porengrößen im Größenbereich ähnlich der Wellenlänge des Lichtes geben kann (vergl. Anhang CC.11 Abbildung 145 bis C.14 Abbildung 148).

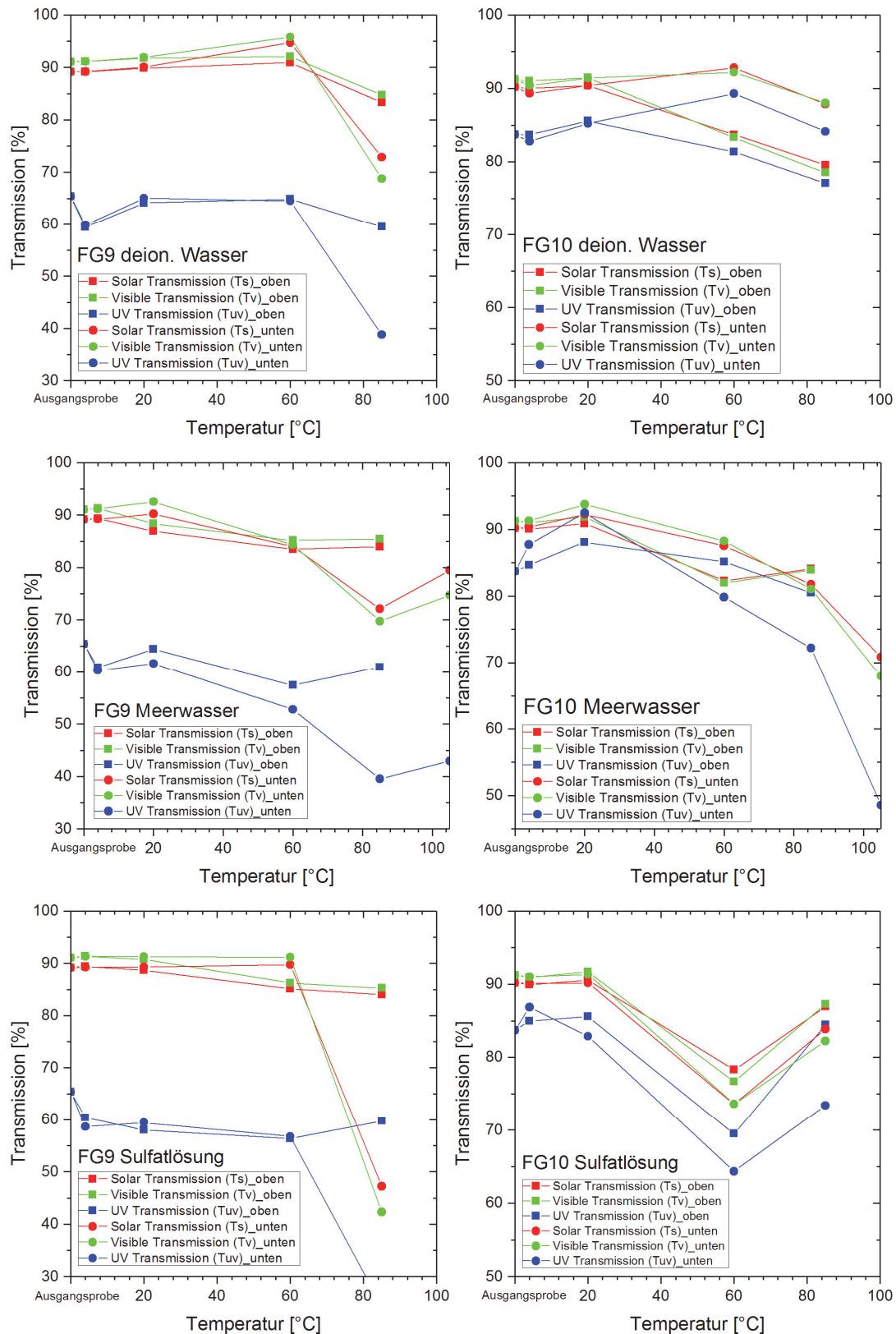


Abbildung 116: Transmission der Luftseite von Probe FG9 (linke Spalte) und FG10 (rechte Spalte) im Langzeitversuch über 500 Tage („oben“ = Dampfzone, „unten“ = Lösungszone).

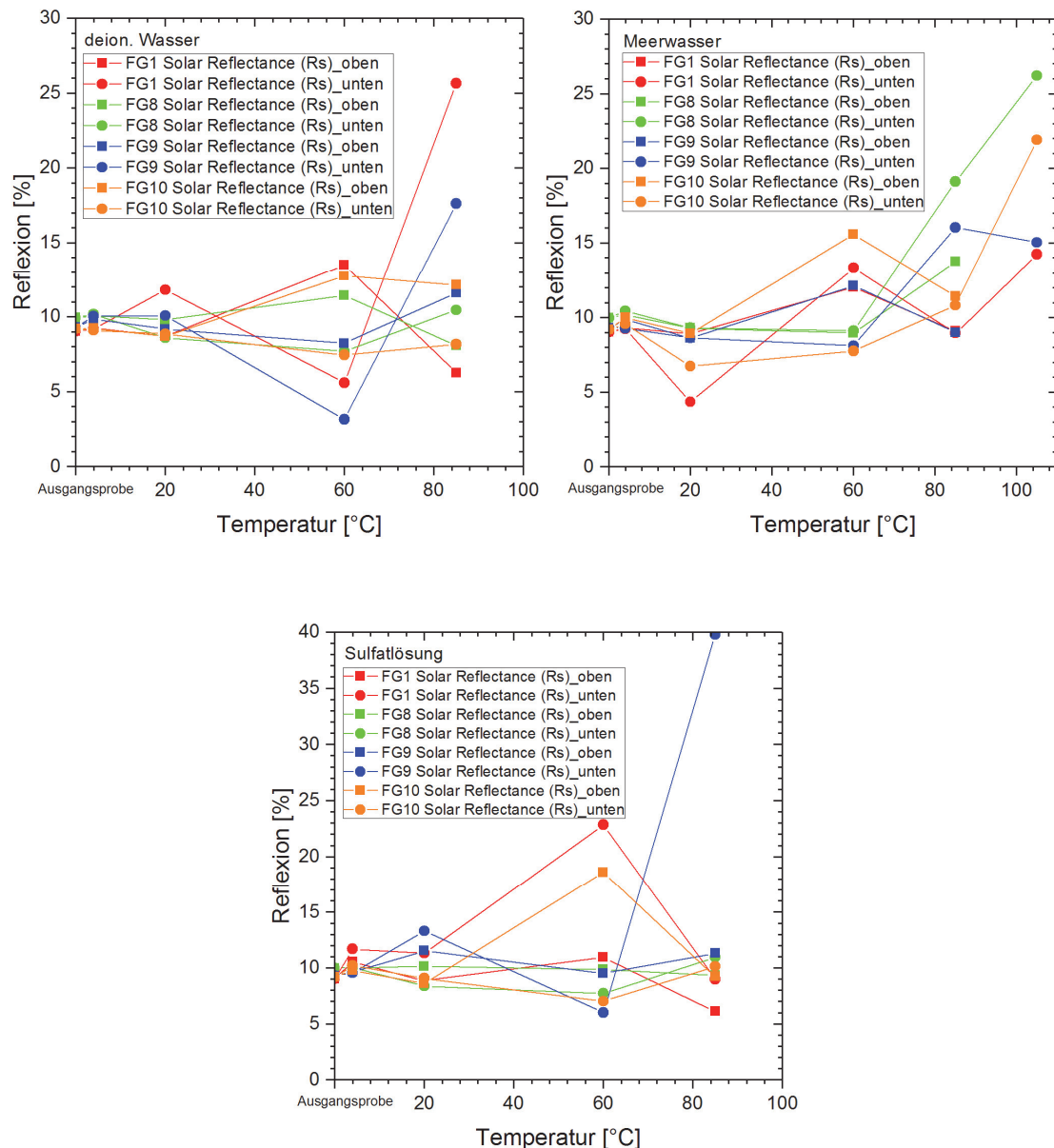


Abbildung 117: Reflexion der Luftseiten der Proben FG1, FG8, FG9 und FG10 nach 500 Tagen in verschiedenen Lösungen („oben“ = Dampfzone, „unten“ = Lösungszone).

4.3.6.2 FT-IRRS

Auf die Ergebnisse der FT-IRRS-Spektroskopie unter streifendem Einfall wurde in vielen vorherigen Auswertungsteilen dieser Arbeit schon Bezug genommen. Die LO_3 - bzw. TO_3 -Banden geben Auskunft über oberflächliche Veränderungen des Glases und korrelieren in vielen Fällen mit weiteren Messungen, beispielsweise der Transmission aber auch mit den Tiefenprofilen oder den REM-Aufnahmen. Die ausführlichen Spektrogramme befinden sich in Anhang C.

Eine Abflachung bzw. Bandverschiebung von TO_3 zu höheren Wellenlängen bei 1075 cm^{-1} zeigt die Bildung von Silicat-reichen Formationen an (26). Darüber hinaus bildet sich durch

Hydratisierung die Gelschicht auf der Oberfläche des Glases, die Reaktion $\text{Si-O-Si} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{Si-OH}$ läuft ab (18). Hiermit verbunden ist eine geringere Intensität der LO_3 -Bande bei 1200 cm^{-1} , bis diese nahezu verschwindet und der Bereich lediglich noch eine Schulter der TO_3 -Bande anzeigt. Eine Verschiebung zu höheren Wellenlängen deutet diesen Vorgang an, da die Bandenüberlagerung durch die TO_3 -Schulter an Bedeutung gewinnt.

Die Gelschicht kann im Verlauf der Reaktion durch Hydrolyse und Kondensation aggregieren und erneut eine feste poröse Struktur bilden. Dies zeigt sich durch eine erneute Ausbildung der LO_3 -Bande, die jedoch weniger scharf und abgerundeter erscheint. Es kann auch durch das Fortschreiten der Reaktion zum *Decoupling* kommen, welches ein Herauslösen der Netzwerkwanter anzeigt. Die ist besonders dann erkennbar, wenn TO_3 bereits zu höheren Wellenlängen verschoben ist. Vorher kann durch die Zunahme der benachbarten NBO-Bande aber auch die TO_3 -Bande überlagert werden, was zu einer Verschiebung zu kleineren Wellenlängen führen kann, bis die Entkopplung der Banden sichtbar wird. FG1 zeigt in der Dampfzone bei allen Lösungen ab 60°C in der Dampfzone bereits deutliche Anzeichen von Korrosion, d. h. die Banden sind bereits verschwunden bzw. bilden sich erneut durch sekundäre Phasen und Aggregatbildung. In der Lösungszone zeigt besonders die Meerwasserprobe starke Bandenverschiebungen hin zu kleineren Wellenlängen, sowohl bei TO_3 aber insbesondere bei LO_3 . Bei LO_3 ist bereits ab 4°C keine Bande mehr vorhanden, bei 85°C und 105°C ist eine Neubildung der Bande zu beobachten.

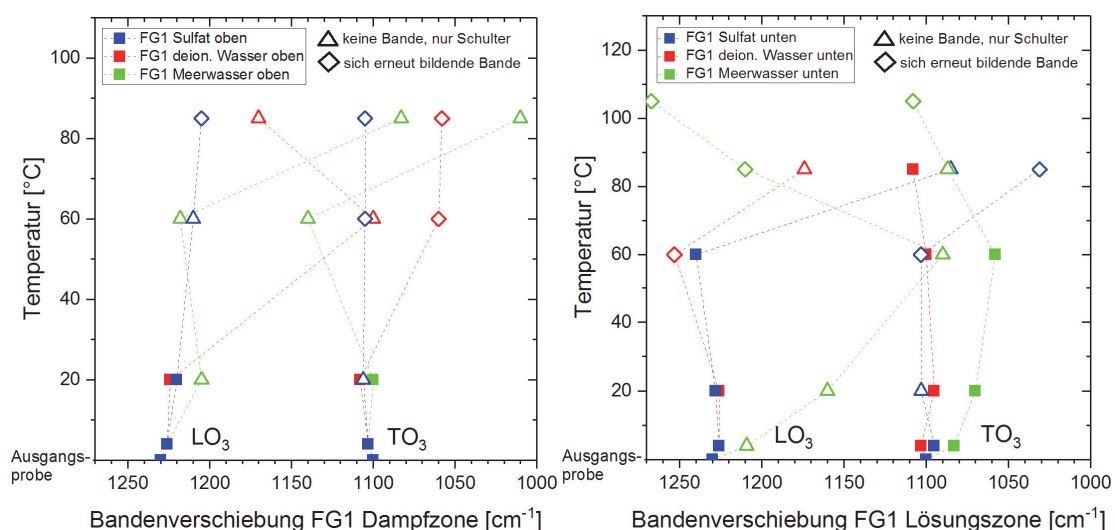


Abbildung 118: FG1 Bandenverschiebung in der Dampfzone (links) und Lösungszone (rechts) bei verschiedenen Temperaturen im Verlauf des Experiments.

FG8 zeigt bei der LO_3 -Bande in der Dampfzone sehr wenig Verschiebung, in Sulfatlösung sowie deion. Wasser ist die Bande ab 60°C verschwunden, in Meerwasser ist dies ab 85°C

der Fall. In der Lösungszone ist die LO_3 -Bande in Meerwasser ab 60°C nicht mehr vorhanden. Die TO_3 -Bande in Sulfatlösung ist bei 60°C deutlich zu kleineren Wellenlängen verschoben.

Die Bandenverschiebung von FG9 ist in der Dampfzone ebenfalls geringer als in der Lösungszone. Die LO_3 -Bande im Meerwasser ist jedoch in beiden Fällen ab 20°C bereits nicht mehr vorhanden. Die TO_3 -Bande ist in der Lösungszone des synthetischen Meerwassers deutlich zu geringeren Wellenlängen verschoben.

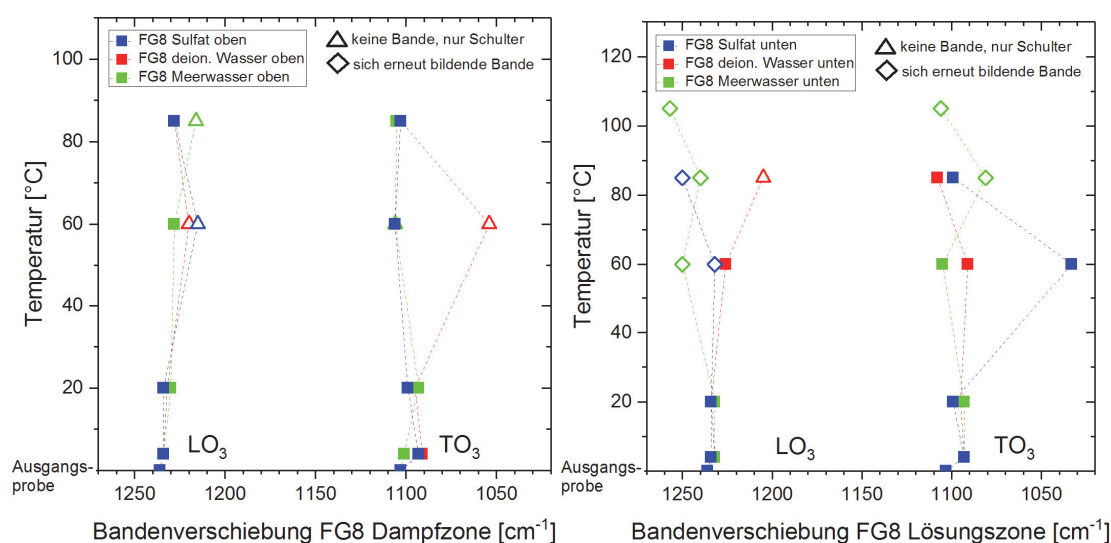


Abbildung 119: FG8 Bandenverschiebung in der Dampfzone (links) und Lösungszone (rechts) bei verschiedenen Temperaturen im Verlauf des Experiments.

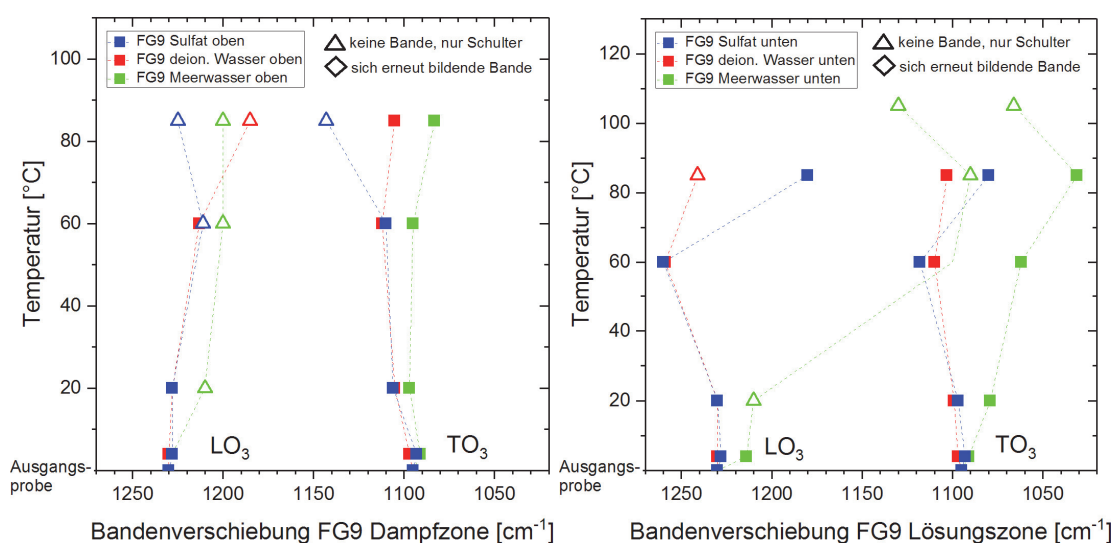


Abbildung 120: FG9 Bandenverschiebung in der Dampfzone (links) und Lösungszone (rechts) bei verschiedenen Temperaturen im Verlauf des Experiments.

FG10 zeigt in der Dampfzone für alle Lösungen ab 60 °C keine LO_3 -Bande mehr. Dies gilt ebenso für die TO_3 -Bande der Probe in Meerwasser. Die TO_3 -Banden der Proben in deion. Wasser und Sulfatlösung zeigen so gut wie keine Bandenverschiebung, dies gilt ebenso für die entsprechenden TO_3 -Banden in der Lösungszone. Hier zeigt die TO_3 -Bande der Meerwasserproben eine deutliche Verschiebung zu kleineren Wellenlängen.

Darüber hinaus entstehen Banden im Bereich von $1300 - 1650 \text{ cm}^{-1}$, die nach Chen und Parks neu entstandenen Natriumcarbonat-Reaktionsprodukten ($\text{Na}_2\text{H}(\text{CO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) zuzuordnen sind (103). Diese treten häufig bereits ab 60 °C und am deutlichsten in deion. Wasser und Natriumsulfatlösung auf (vergl. Anhang CC.22 Abbildung 155 bis C.25 Abbildung 158).

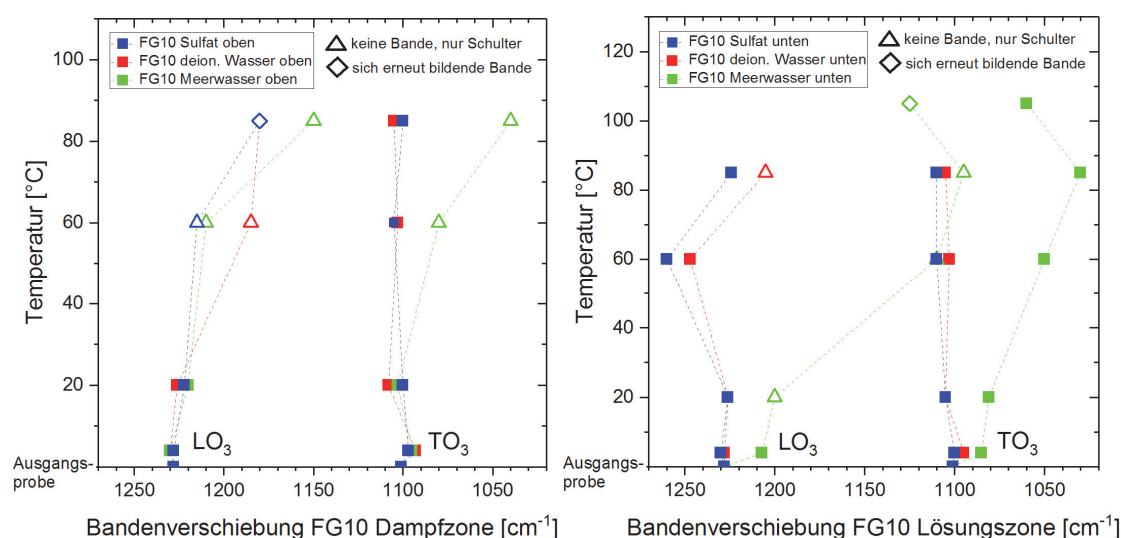


Abbildung 121: FG10 Bandenverschiebung in der Dampfzone (links) und Lösungszone (rechts) bei verschiedenen Temperaturen im Verlauf des Experiments.

5 Diskussion

5.1 Ausgangsgläser

Bei der Untersuchung wurde klar, dass sich am Markt befindliche Gläser deutlich in ihrer mechanischen Beständigkeit unterscheiden. Die Gläser zeigen in der Zusammensetzung nur geringe Unterschiede im Gehalt von SiO_2 und Na_2O , dafür einige Abweichungen in ihrem Gehalt an Al_2O_3 , CaO und MgO . Die unterschiedliche Beständigkeit ist allerdings nur unzureichend auf verschiedene Zusammensetzungen zurückzuführen, sodass man davon ausgehen kann, dass Lagerungsbedingungen und -zeit einen erheblichen Einfluss auf das Glas haben. Auch die unbekannte thermische Vorgeschichte und die Behandlung der Gläser während des Korrosionsfortschrittes im Verlauf der Zeit (wird die Oberfläche gereinigt oder nicht) spielen eine Rolle.

Dass eine Reinigung der Oberfläche aussagekräftige Ergebnisse bei bestimmten Messungen ausschließt, zeigt sich in den Spektrogrammen der FT-IRRS Messungen der Ausgangsproben FG1 – FG26. Die Gläser weisen ähnliche Zusammensetzungen auf und die SNMS-Tiefenprofile zeigen sehr unterschiedlich vorangeschrittene Korrosion. Trotzdem sind in den Messungen per FT-IRRS so gut wie keine Differenzen bei den Gläsern zu beobachten. Hier bewährt sich die Bestimmung der Rissbildung per Vickers-Indentation. Eindrücklich kann hier gezeigt werden, wie sich die Rissbildung durch Lagerung bei regulären Raumklimabedingungen (21 °C, 35 %rF) nach einigen Monaten reduziert.

Einen Beweis dafür, dass nicht alle Einflussbedingungen der Glasstabilität bekannt sein können, bringen beispielsweise die Gläser FG3, FG7 sowie FG21. Es sind die einzigen Gläser, die nach einer 18-monatigen Lagerung unter normalen atmosphärischen Bedingungen einen reduzierten Risswiderstand auf der Badseite aufweisen (vergl. Abbildung 122). Weder die Zusammensetzung, noch die Materialkonstanten zeigen Auffälligkeiten, die dies erklären können. Probe FG12, die mit Abstand die geringste Härte im Probenpool aufweist, zeigt hingegen keine Auffälligkeiten bezüglich der Veränderung über 18 Monate im Rissbildungsverhalten. Die Proben FG1, FG6 und FG10 zeigen keine messbare Veränderung bezüglich des Risswiderstandes auf der Luftseite. Dies ist allerdings darauf zurückzuführen, dass bereits bei der ersten Messung keine Rissbildung < 1500 mN Kraftaufbringung durch den Nanoindenter auftrat. Es ist also auch hier von einer fortschreitenden Korrosion und Erhöhung von CR auszugehen.

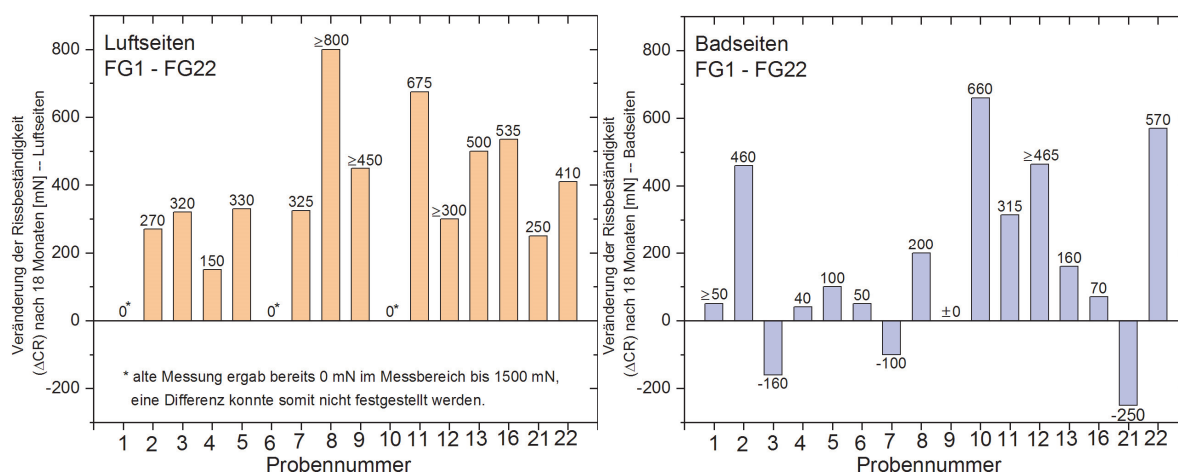


Abbildung 122: Veränderung des Risswiderstands (ΔCR) der Ausgangsgläser nach 18 Monaten Lagerung unter normalen atmosphärischen Bedingungen ($21^\circ\text{C} \pm 4^\circ\text{C}$ und $40\%rF \pm 5\%$, Luftseiten links, Badseiten rechts). Während es auf den Luftseiten zunehmend erst bei Aufbringung höherer Kräfte zur Rissbildung kommt, ist dieser Effekt auf der Badseite weniger stark ausgeprägt und es kommt sogar bei drei Gläsern zur früher einsetzenden Rissbildung. Einige Proben (z.B. FG8, FG9 und FG12 auf der Luftseite) zeigen im Messbereich bis 1500 mN keine Rissbildung mehr, der exakte Differenzwert ist somit nicht bestimmbar.

Die thermische Geschichte eines Glases ist in der Regel unbekannt, hat aber maßgeblichen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften. Dabei ist die fiktive Temperatur T_f ein wichtiger Einflussfaktor, der Aufschluss über den Herstellungsprozess und die Eigenschaften des Glases geben kann. T_f steht in direktem Zusammenhang mit der Abkühlrate der Glasschmelze und ist definiert als der Punkt, an dem die flüssige Schmelze erstarrt (34). Vacher et al. zeigten, dass die Geschwindigkeit von Longitudinalwellen durch das Glas hindurch bei höherem T_f verlangsamt ist (104). In dieser Arbeit konnte kein direkter Zusammenhang zwischen der Laufzeit der Longitudinalwellen durch das Glas und einem Korrosionsfortschritt in Form der Na-Laugungstiefe auf der Luftseite festgestellt werden. T_f hat somit keinen messbaren Einfluss auf die verschiedenen mechanischen Eigenschaften.

Neben den mechanischen Eigenschaften der 17 Floatgläser im Probenpool wurden auch die chemischen Eigenschaften untersucht. Ein nicht unerheblicher Aspekt der Glaszusammensetzung ist der Gehalt an Eisen, der maßgeblich für die Wirtschaftlichkeit der solaren Anwendung dieser Gläser ist. Es wurde aus diesem Grund die Möglichkeit einer einfachen und günstigen Bestimmung des Eisengehaltes per Farbmessung untersucht. Vier Gläser (FG4, FG13, FG21, FG12) zeigen eine solare Transmission $< 88\%$ während alle anderen Proben Messwerte um die 90% aufweisen. Ein Zusammenhang dieser Werte mit den gemessenen Farbwerten und den entsprechenden Fe^{2+} -Gehalten war eindeutig vorhanden, eine Messung des Eisengehaltes über ein Farb-Handmessgerät ist somit schnell und kostengünstig möglich.

5.2 Klimaexperimente

In der Literatur ist umstritten, ob die durch Alteration gebildete Gelschicht die Korrosionsrate durch eine Art Schutzmechanismus herabsetzt. Einige Autoren berichten sogar von einer Zunahme der Rate, wenn alkalische Verwitterungsprodukte durch den Korrosionsfortschritt entstehen, der ja Voraussetzung für die Bildung einer Gelschicht ist (105). He et al. konnten hingegen zeigen, dass die Gelschicht auf der Oberfläche das Kalknatron-Silicatglas unanfälliger gegen mechanische Beanspruchung macht. Dieser Effekt ist eine einzigartige Eigenschaft von Kalknatron-Silicatglas und unterscheidet es von anderen Gläsern wie etwa Borosilicatglas (19). Bradley et al. konnten ebenfalls herausstellen, dass sich die hydratisierte Oberfläche von Kalknatron-Silicatglas deutlich von der eines Quarzglas unterscheidet. Hiernach korreliert die Anwesenheit von Hydronium-Ionen auf der Oberfläche in Zusammenhang mit hoher Luftfeuchtigkeit direkt mit einer höheren Abriebfestigkeit (106).

In dieser Arbeit konnte gezeigt werden, dass die Auslaugung, insbesondere von Natrium, sowie die Hydratisierungstiefe (OH-Anreicherung) der Proben nach zyklischer Kondensation im Vergleich zum Damp-Heat-Versuch reduziert ist, während augenscheinlich auch eine dickere Gelschicht entsteht. Hingegen zeigen sich nach dem Damp-Heat-Versuch vermehrt Kristallite an der Oberfläche, was im Umkehrschluss für eine Schutzfunktion der Gelschicht spricht.

Nicht zuletzt spielt auch die Frage eine Rolle, ob die Gelschicht entfernt wird oder auf dem Glas verbleibt. Unter natürlichen Bedingungen ist dies kaum zu kontrollieren, da unklar ist, ob ein Glas Niederschlägen frei zugänglich ausgesetzt ist, ob es mechanisch beansprucht oder gereinigt wird und wenn ja, in welchen zeitlichen Abständen.

Die Probe FG26 zeigte im Verlauf der Zeit des zyklischen Klimaexperiments die geringste Laugungstiefe bei allen Ionen, dafür ist sie jedoch die einzige Probe mit deutlicher Gelschichtbildung ab $t = 5$ Tage. Die Korrosion schreitet also weniger in der Tiefe des Glases voran als vielmehr intensiv an der Glasoberfläche. Da ab einem CaO-Gehalt > 10 mol% die Löslichkeit von SiO_2 erhöht ist, lässt sich diese Oberflächenkorrosion augenscheinlich auf den höheren CaO-Gehalt von 9,35 mol% zurückführen. Der Effekt der erhöhten SiO_2 -Löslichkeit scheint hier schon bei CaO-Gehalten < 10 mol% zum Tragen zu kommen. Des Weiteren lässt die Gelschichtbildung auf einen pH-Wert ~ 10 in der Lösung nahe der Oberfläche schließen, der somit, besonders in Hinblick auf die eher kurze Dauer des Experimentes, sehr hoch ist. Im Gegensatz dazu ist der pH-Wert auf der Oberfläche der Probe FG26 nach 85/85 weniger stark angestiegen, da hier die Na-Tiefenprofile auf eine Aggregation der Silicatanionen hindeuten, die bei geringem Elektrolytgehalt des Lösungsmediums bevorzugt bei weniger stark

alkalischem pH-Wert abläuft (107). Auch eine höhere initiale OH-Anreicherung in der Glasoberfläche könnte die weitere Hydratisierung im Verlauf der atmosphärischen Einflussnahme reduzieren, da eine geringere Diffusionsrate die Folge ist.

Neeway et al. fanden für SON68-Glas bei 90 °C eine um eine Größenordnung höhere Hydratisierung des Glases in Wasserdampf im Vergleich zu dem Glas, das in Wasser gelagert wurde (108). Dies korreliert mit den gewonnenen Daten der Oberflächenhydratisierung aus den Klimaschrankexperimenten. Sogar im relativ kurzen Zeitraum von wenigen Tagen ist dieser Effekt im Vergleich zwischen Damp-Heat-Test und zyklischer Kondensation sichtbar.

Wenn die Gelschicht bzw. die Si-Reaktionsschicht in ihrer Dicke zunimmt und durch Hydrolyse/Kondensationsreaktionen eine dichte, stark polymerisierte Alterationsschicht ausbildet, kann dies dazu führen, dass gelöste Elemente nicht mehr effektiv von der Bulkglas-Oberfläche abtransportiert werden können (109). Dies ist besonders in dichten Si-Schichten mit kleinen Porengrößen der Fall. Es kommt zur zunehmenden Anreicherung der gelösten Ionen an der Grenzfläche Bulkglas/Si-Korrosionszone (107). Bei FG26 scheint es während 85/85 bereits nach $d = 7$ Tagen zu einer solchen Polymerisierungsreaktion gekommen zu sein, die sich bis $d = 25$ Tage weiter verstärkt, bei FG26 nach TEC zeigt sich dies hingegen nicht. FG8 weist bei 85/85 nach $d = 25$ Tagen Anzeichen einer Na-Anreicherung auf, die auf eine verdichtete Si-Schicht auf der Oberfläche hindeutet, bei TEC konnte dies nicht gefunden werden. Mit steigendem Polymerisationsgrad wird auch zunehmend mehr Lösung in die Si-Aggregate eingeschlossen und somit auch leicht lösliche Elemente wie Natrium (107). Auch dieses Phänomen könnte den wellenförmigen Verlauf von Na in Abbildung 64 erklären. Dass es zur Ausbildung einer nanoporösen Schicht bei FG26 nach 85/85 kommt, lässt auch die erhöhte Transmissivität dieser Probe vermuten.

Gin et al. beschreiben darüber hinaus die Funktion der Alterationsschicht als molekulares Sieb. Moleküle in der das Glas umgebenden Lösung verhalten sich demnach in Abhängigkeit von ihrer Größe unterschiedlich. Während Deuterium mit 0,27 nm Durchmesser leicht bis zur Reaktionsfront diffundieren konnte, war dies bei den H-Atomen nicht der Fall, sie passierten lediglich die ersten 250 nm der Gelschicht. Es wird geschlussfolgert, dass die Netzwerkstruktur der alterierten Schicht wie ein Molekularsieb wirkt, das nur Moleküle < 1 nm hindurchlässt (110). Ein hoher Polymerisationsgrad hat also nicht nur Auswirkung auf den Abtransport gelöster Ionen vom Glas weg, sondern bestimmt auch durch seine Reorganisation als mikroporöses Material die Diffusion aus der Lösung heraus an die Reaktionsfront des Glases. Eine Anreicherung bestimmter Ionen beeinflusst an der Reaktionsfront wiederum den pH-Wert, was auch Auswirkungen auf die Lösungsrate hat. Darüber hinaus gibt es aber auch

Folgen für die Ausscheidungsrate und die Löslichkeit von in Lösung befindlichem Silizium (111). Eine fortschreitende Polymerisierungsreaktion kann also durchaus die Bewegung der Reaktionsfront in das Bulkglas hinein begünstigen und die Korrosion in dessen Folge schneller vorantreiben. Wiederum werden hier die deutlichen Unterschiede zwischen zyklischer und nichtzyklischer Korrosion deutlich.

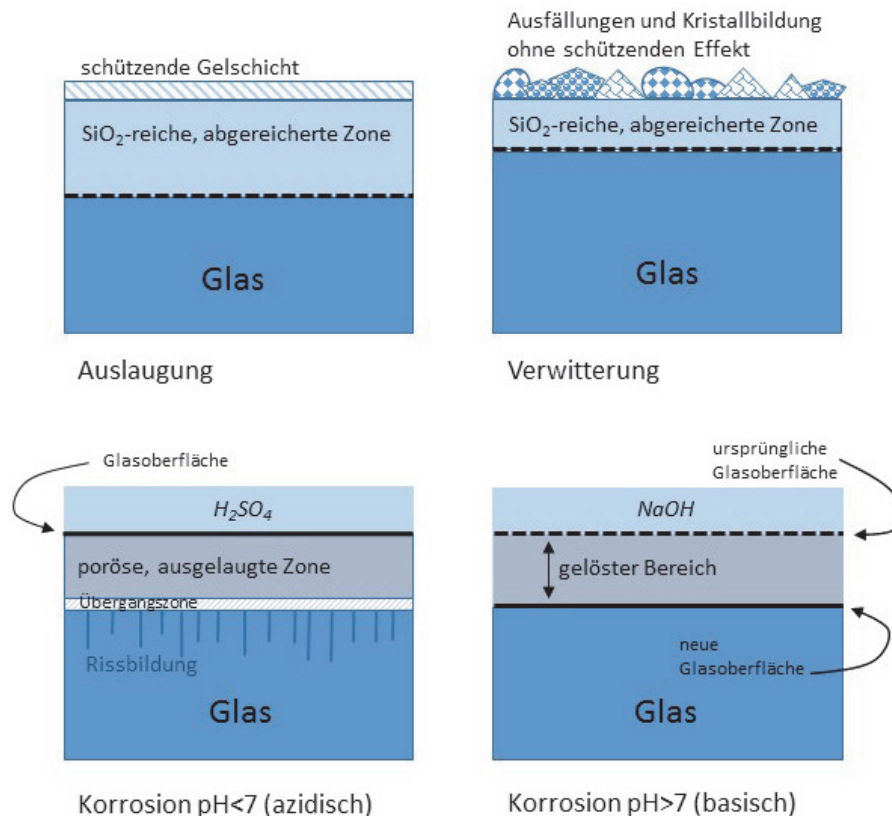


Abbildung 123: Unterschiedliche Pattern durch Auslaugung und Verwitterung auf der Glasoberfläche oben (verändert nach (26)), sowie durch azidische und basische Korrosion unten (verändert nach (112)).

Abbildung 123 zeigt einen Überblick über verschiedene Korrosionsbedingungen. Bei der Auslaugung eines Glases kommt es zur Bildung einer Gelschicht, die das Glas vor weiterer Korrosion schützen kann. Dem gegenüber steht die Verwitterung, die besonders bei statischer Korrosion zur Kristallbildung und Ausfällung von Verwitterungsprodukten auf der Glasoberfläche führt. Diese haben nicht nur keinen schützenden Effekt für die Glasoberfläche, sie können im Gegenteil bei erneuter Benetzung durch wässrige Lösungen zu einer konzentrierteren Lauge führen und die Oberfläche wird somit erneut und noch intensiver angegriffen. Der

pH-Wert-abhängige Korrosionsangriff wird ebenso in der Abbildung verdeutlicht. Eine azidische Korrosion löst Ionen aus dem Glas, es kann zur Bildung einer porösen Zone und zur Rissbildung kommen, die alte Glasoberfläche bleibt jedoch weitestgehend bestehen. Bei der basischen Korrosion hingegen kommt es zur Lösung des gesamten Oberflächenbereichs und zur Bildung einer neuen Glasoberfläche. Der gelöste Bereich lässt sich unter Umständen durch Runoff (Niederschlag, Regen) oder mechanische Beanspruchung („Fenster putzen“) entfernen.

Der höhere Al_2O_3 -Gehalt der Probe FG8 wirkt zwar stabilisierend auf das Glasnetzwerk, kann aber die Laugung der mobilen Oxide nicht nachhaltig beeinflussen bzw. reduzieren. Da das Netzwerk kaum angegriffen wurde, kam es nicht zur Gelbildung oder zur Polymerisierung, sodass kein schützender Effekt vor weiterer Abreicherung der Ionen auftreten konnte. Probe FG8 wurde im Versuchsverlauf auch deutlich stärker hydratisiert als FG26. Jedoch zeigt FG8 nach $d = 25$ Tagen in 85/85 erste Anzeichen der Na-Anreicherung und somit einen Hinweis auf beginnende Aggregierungsvorgänge an der Glasoberfläche.

In natürlicher Umgebung gelagerte Gläser zeigen typischerweise Kristallisate auf der Oberfläche, die Stickstoff- oder Schwefelverbindungen enthalten, da diese durch Verbrennungsabgase und ähnliches in der Atmosphäre vorhanden sind (113). Auch im Klimaschrank als nicht-abgeschlossenem System ist von derartiger Neokristallisation auszugehen, wobei die Bildung dieser Kristallisate durch Tröpfchenbildung und Abtrocknung forciert wird, da hier schneller Kristallisationskeime entstehen können. Auch in den untersuchten Gläsern dieser Arbeit fanden sich hauptsächlich Silicate und Carbonate als Neokristallisate, wie es bei Gläsern entsprechender Zusammensetzung nach atmosphärischer Korrosion zu erwarten ist.

Die nach bereits erfolgter Alteration unregelmäßigere Oberfläche führt teilweise zu einer geringeren Transmissivität der Proben durch höhere Reflexion. Ist hingegen nur der Streulichtanteil durch eine gleichmäßige raue bzw. porösere Oberfläche höher, kann die Transmission ebenfalls erhöht sein, da der Streulichtanteil durch die verwendete Sphäre mitgemessen wird. Dies ist nach 1, 7 und 5 Tagen bei FG8 nach TEC zu beobachten. Guiheneuf et al. untersuchten den Effekt des Damp-Heat-Tests auf Floatglas für solare Anwendungen und kamen zu dem Ergebnis, dass die Transmissivität sich durch die Behandlung bei 85 °C und 85% relativer Luftfeuchte erhöht (114). In dieser Arbeit konnte gefunden werden, dass dies für Probe FG26 zutreffend ist, für FG8 jedoch nicht. Es scheint also einen Zusammenhang mit der chemischen Zusammensetzung, aber auch mit dem Alter der Probe zu geben, sodass eine allgemein gültige Aussage hierzu nicht getroffen werden kann.

Die Proben wurden nach ihrer Behandlung nicht abgewischt oder gereinigt. In einem realen Anwendungsszenario ist dies eher unwahrscheinlich, da es durch Regen zum Ablaufen auf dem Glas kommt oder beispielsweise eine Fensterscheibe geputzt wird. Zum einen schützt dies vor weiterer Korrosion, da Verschmutzungen aus der Luft und auch Präzipitate auf dem Glas abgewaschen werden, die eine Veränderung des pH-Wertes besonders in den alkalischen Bereich begünstigen können. Zum anderen wird eine eher „schmierige“ Gelschicht wie bei FG26 nach TEC entfernt und eine frische Oberfläche geschaffen, auf der die Reaktion erneut schnell vonstattengehen kann. Eine regelmäßige Reinigung könnte hier also unter Umständen zu höheren Korrosionsschäden am Glas führen.

5.3 Langzeitexperiment

Es gibt viele Umstände, die bei bereits stark fortgeschrittener Korrosion den weiteren Verlauf beeinflussen können. Rissbildung durch Quell- und Schrumpfverhalten der hydratisierten Oberflächenschicht kann den Weg für Lösungsvorgänge in tiefere Schichten freimachen, die dann, unter Umständen auch lokal begrenzt, vonstattengehen. Schichtablösung kann ebenfalls lokale Korrosionsvorgänge durch räumlich stark begrenzte pH-Wert-Veränderungen hervorrufen. Präzipitate auf dem Glas sorgen für eine unterschiedliche Benetzbarkeit der Oberfläche und rufen dadurch auch punktuelle Korrosionserscheinungen in Form von „Lochfraß“, Ablaufspuren, Lösungsformen und ähnlichem hervor (vergl. Abbildung 127).

Gentaz et al. haben nach atmosphärischer Exposition Salzbildung an der Oberfläche eines Kaliumsilicatglases festgestellt, vor allem Syngenit, Gips und Natriumcarbonat. Diese Neokristallisation ist auf die Bindung von Anionen und Kation auf der Oberfläche zurückzuführen, woraufhin diese als Salze ausfallen. Danach setzten sie das Glas zyklischer Kondensation aus und stellten fest, dass die Salze die Korrosion forcierten, da ein Abtrocknen der Feuchtigkeit immer längere Zeit in Anspruch nahm, was wiederum einen stärkeren korrosiven Angriff zur Folge hatte. Die Salze fungieren dabei als Kondensationskeim (100). Auch während des zyklischen Klimaschrankexperiments konnte beobachtet werden, dass eine Abtrocknung der Glasoberfläche immer längere Zeit in Anspruch nahm. Kreisförmige Strukturen mit mehr oder weniger deutlich erkennbarem Ursprung in der Mitte finden sich in größerer Anzahl auf den Probenoberflächen des Langzeitversuches, besonders bei höheren Temperaturen in der Dampfzone (vergl. Abbildung 124). Die Größe eines Wassertropfens, der sich um einen Kondensationskeim bildet, ist abhängig von der Zeit. Umso länger eine Kondensation durch klimatische Bedingungen ermöglicht wird, umso größer kann der Tropfen wachsen. Es ist ebenfalls von einer Tropfenbildung mit größerem Durchmesser auszugehen, wenn im vorhergegangenen Zyklus keine vollständige Abtrocknung mehr erfolgen konnte und bereits Tropfen vorhanden sind, die nun weiter wachsen können. In der Regel ist das Verhältnis von Lösung zur Glasoberfläche mit $SA/V > 1 \text{ cm}^{-1}$ bei Kondensat- und Tröpfchenbildung auf dem Glas größer als bei üblichen Lösungsexperimenten mit $SA/V < 1 \text{ cm}^{-1}$. Dadurch wird eine schnelle pH-Wert-Erhöhung und eine gesteigerte Korrosionsrate forciert, die in kreisförmigen Lösungsstrukturen auf der Glasoberfläche sichtbar wird. Im Zuge des Abtrocknens können an ebendiesen Stellen dann runde bzw. kreisförmig angeordnete Präzipitate ausgefällt werden. Die Veränderungen auf der Glasoberfläche unterscheiden sich somit deutlich von denen einer üblichen Lösungskorrosion ohne zyklische Wechsel.

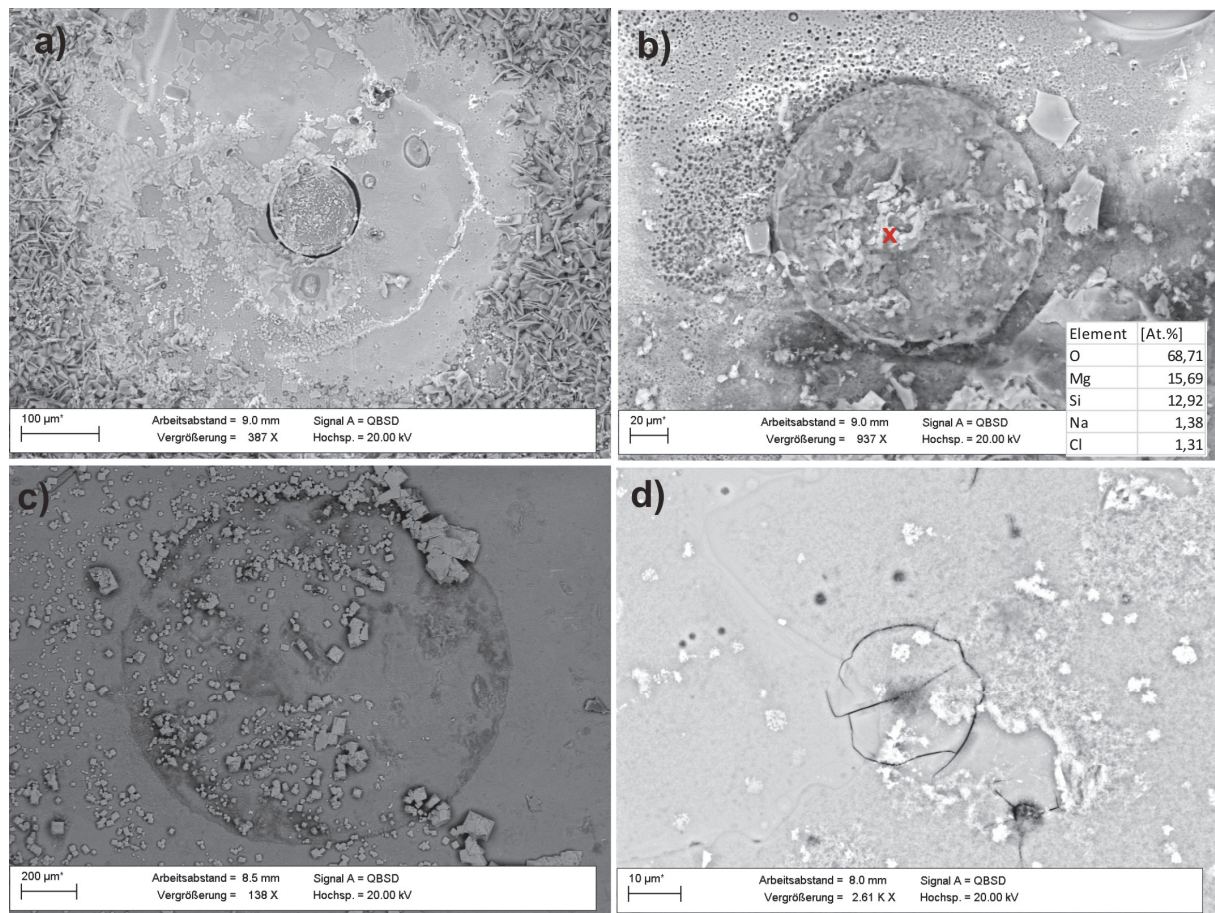


Abbildung 124: Kreisförmige Strukturen und Lösungserscheinungen auf Probe FG10 (Meerwasser, 85°C) in der Dampfzone.

Es ist von Gläsern unterschiedlicher Zusammensetzung bekannt, dass sie Alterationszonen auf der Oberfläche ausbilden, die aus feinen lamellenartigen Strukturen bestehen. Diese zeigen auf Grund ihrer porösen Struktur häufig ein Irisieren, da sich das Licht entsprechend bricht. Derartige Strukturen in Korrosionszonen werden stets durch Ungleichgewichtsbedingungen und daraus resultierenden Selbstorganisationsprozessen aufgebaut (107).

Solche Diffusions-/Reaktionsprozesse an einer sich ins Glas bewegenden Reaktionsfront sind auch in geologischen Zusammenhängen als „Liesegang Ringe“ bekannt (115). Im klassischen Liesegang-Experiment entstehen diese Strukturen hinter einer sich ausbreitenden Korrosionsfront, die mit der Reaktionslösung in Kontakt steht. Diese Lösung diffundiert in die Reaktionsfront, die ihrerseits Ionen enthält, die als Reaktionspartner dienen. Die Diffusionsmatrix verhindert nun Konvektion zwischen den genannten Komponenten und dem Reaktionsprodukt, das auf der dem Bulkglas zugewandten Seite der Reaktionsfront entsteht. Es gibt zwei theoretische Modelle um diese Vorgänge zu erklären. Zum einen das *Prenuclea-*

tion-Model von Ostwald, das vom klassische Rückkopplungszyklus von Übersättigung, Ausfällung und Abreicherung ausgeht (116). Zum anderen das *Postnucleation-Model* oder auch Modell des konkurrierenden Partikelwachstums, das davon ausgeht, dass auch ohne starke Sättigungsgradienten alleine durch konkurrierendes Kristallwachstum eine Strukturbildung stattfindet (117).

In REM-Aufnahmen erkennbar treten solche Ringe in dieser Arbeit lediglich bei Probe FG10 in Meerwasser nach 85 °C und nach 105 °C auf. Besonders bei 105 °C bilden sich derart feine Lamellen an der Oberfläche, dass sie den Blick in tiefere Schichten freigeben. Dort zeigen sich dann konzentrische Kreisstrukturen um Si-Kolloide herum. Da FG10 > 10 mol% CaO enthält, ist die Löslichkeit von SiO₂ begünstigt. Durch den im Verlauf des Korrosionsprozesses in den sauren Bereich abgefallenen pH-Wert geht die Extraktionsrate von SiO₂ zurück, während die Lösung der mobilen Ionen wie Na forciert wird; es kommt zur Ausbildung von Ringstrukturen. Aufnahmen mit dem Lasermikroskop zeigen darüber hinaus auch bei FG8 und FG9 in deionisiertem Wasser bei 60 °C und 85 °C irisierende Randstrukturen, die auf die Bildung solcher Formationen ähnlich den Liesegang-Ringen hindeuten.

Generell ist die Bildung der Gelschicht mit der Rekondensation des hydrolysierten Netzwerks verbunden, die wiederum eine hydratisierte, poröse Schicht zurücklässt, die Gelschicht (118). Valle et al. stellten durch Isotopenexperimente die unterschiedlichen Mechanismen der Oberflächenveränderung an einem Borosilicatglas (SON68) heraus. Phyllosilicate und Phosphate (Präzipitate) entstehen durch Lösung/Ausfällung, während die Gelschicht durch den Wechsel Hydrolyse/Kondensation erzeugt wird. Die Gelschicht ist nicht im thermodynamischen Gleichgewicht mit der Lösung und verändert sich somit im Laufe der Zeit und unter sich ändernden Alterationsbedingungen (119). Dies kann zur Ausbildung einer dichten, stark polymerisierten Alterationsschicht führen (109). Abbildung 93 zeigt, dass die oberste Schicht des Glases FG10 auf der Unterseite wie ein Negativ des darunterliegenden ausgelaugten Netzwerkes erscheint. Hier wird die Gelschicht mit der Porenlösung reagiert und sich dadurch aggregiert haben.

Durch die Polymerisierungsreaktion kann es auch zur Bildung von „Wassertaschen“ aus molekularem H₂O auf der hydratisierten Bulkglasoberfläche kommen, die ihrerseits wiederum zu Entmischungsreaktionen führen, die dann die Bildung von sphärischen SiO₂-Aggragaten initiieren (107). Abbildung 89 zeigt Probe FG8, die unter einer oberen, teils abgeblätterten Schicht solche SiO₂-Aggragate aufweist. Durch spätere Ablösung dieser Aggregate entstehen erneut oft kreisrunde Korrosionsstrukturen oder Risse, die den weiteren Angriff durch ein Lösungsmedium begünstigen.

Sekundäre Phasen und Kristalle können auch auf der Gelschicht entstehen, was die Stabilität dieser Schicht beeinträchtigt, da ihr Wachstum den oberflächlichen Schichten Silizium und weitere lösliche Elemente entzieht (120). Abbildung 101 zeigt solche Kristallisate auf der Oberfläche und die nahezu kreisförmige Auslaugung der Gelschicht auf der Glasoberfläche im Bereich herum. Ein Ca-Gehalt bis zu 10 mol% erhöht die Beständigkeit des Glases, was unter anderem auf die Bildung schwerlöslicher Verbindungen und damit verbundener Ausbildung von Schutzschichten auf der Glasoberfläche zurückzuführen ist. Solche Verbindungen auf der Oberfläche können Calciumsilicathydrate bzw. CSH-Phasen sein (6). Dies tritt hauptsächlich bei Gläsern mit höherem Ca-Gehalt auf, in dieser Arbeit bei FG1, FG9 und FG10 (vergl. Abbildung 88 und Abbildung 97 bis Abbildung 98).

Allgemein reagieren Polymere mit starker Volumenveränderung auf pH-Wert-Änderung oder andere chemische Veränderungen in ihrer nahen Umgebung (107). Umso stärker die Zerstörung der Oberfläche durch Rissbildung ist, umso höher ist augenscheinlich der Polymerisationsgrad. Besonders bei den Proben nach 60 °C und 85 °C ist eine solche Rissbildung teils deutlich ausgeprägt. Mit steigendem Polymerisationsgrad wird auch zunehmend mehr Lösung in die Si-Aggregate und somit auch leicht lösliche Elemente wie Natrium eingeschlossen.

Nach dem Langzeitversuch zeigte sich ein besonders starker Gewichtsverlust im Zusammenhang mit Trocknung bzw. Schrumpfung bei den Gläsern mit höherem SiO₂-Gehalt im Meerwasser (FG9 und FG10). Es scheint, dass hier die nanoporöse Gelschicht besonders viel der gelösten Ionen eingeschlossen hat und damit auch stärker hydratisiert wurde. Ein hoher SiO₂-Gehalt, der das Glas zunächst stabilisiert bzw. die Ausbildung einer entsprechenden passivierenden Gelschicht kann im Verlauf einer zyklischen Befeuchtung also einen negativen Effekt haben. Bei starken Veränderungen in den klimatischen Bedingungen kann es somit bis zur Abplatzung ganzer alterierter Schichten kommen, wie der deutlich geringere Gesamtgewichtsverlust nach 85 °C nahe legt. Dies gilt insbesondere im Zusammenhang mit Meerwasser, in deionisiertem Wasser ist der Effekt bei weitem nicht so stark ausgeprägt (vergl. Abbildung 125). Probe FG1 zeigt eine deutlich stärkere Resistenz gegenüber Hydratisierung und anschließendem Gewichtsverlust. Sie zeichnet sich durch einen höheren MgO-Gehalt von 5,75 Gew% und einen verhältnismäßig geringen SiO₂-Gehalt von 70,24 Gew% aus (vergl. Abbildung 126).

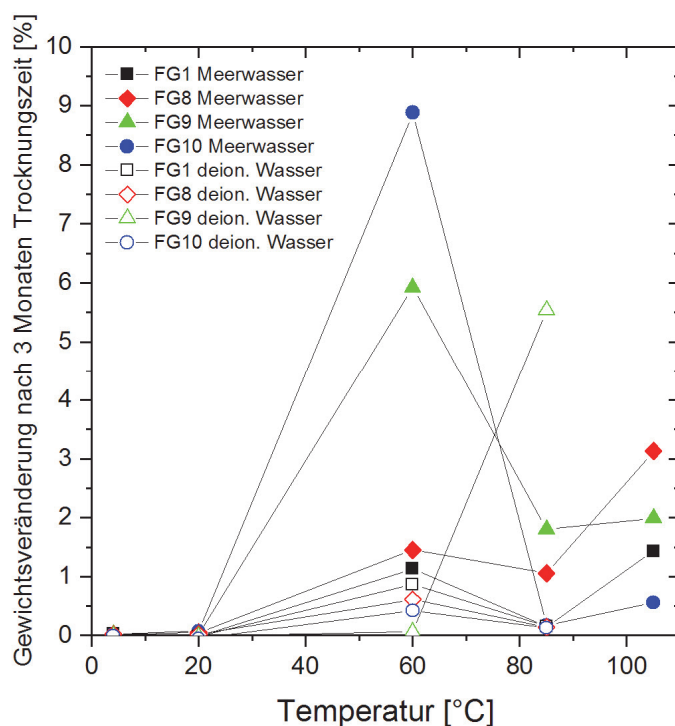


Abbildung 125: Gewichtsverlust der Proben des beendeten Langzeitversuchs nach 3 Monaten Trocknungszeit. Es wird in dieser Abbildung eine Lösung mit hoher Ionenkonzentration (Meerwasser) einer Lösung mit sehr geringem Ausgangsgehalt an Ionen (deionisiertes Wasser) gegenübergestellt.

In alkalischen Lösungen mit niedrigen Elektrolytkonzentrationen können die Si-Teilchen sich nicht zu Aggregaten verbinden um ein Netzwerk auszubilden, da sie deprotoniert sind und einander abstoßen. Liegt ein hoher Elektrolytgehalt vor, kann es hingegen trotz hohem pH-Wert zur Polymerisierung kommen (107). Mit fortschreitender Lösung der Alkalien und damit verbundener pH-Wert-Erhöhung dürfte dies bei Einlagerung in deionisiertem Wasser und Natriumsulfatlösung bei höheren Temperaturen im Lösungsbereich der Fall gewesen sein. Dies stellt dann einen der Gründe dafür dar, dass eine Korrosion bei höheren Temperaturen (60 °C und 85 °C) sich deutlich von der bei niedrigeren Temperaturen (4 °C und 20 °C) unterscheidet. Demzufolge müsste es nach der Einlagerung in Meerwasser mit einem hohen Ursprungelektrolytgehalt einen Unterschied geben, da hier bei 4 °C und 20 °C ein alkalischer pH-Wert vorliegt, der bei höheren Temperaturen dann in den sauren Bereich abfällt.

Tatsächlich zeigen die Meerwasserproben im FT-IRRS-Spektrogramm bereits bei 4 °C eine sehr geringe und bei 20 °C keine LO_3 -Bande mehr, was mit der Hydratisierung der Gelschicht bzw. der Reaktion $\text{Si-O-Si} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{Si-OH}$ in Zusammenhang steht. Eine Ausnahme bildet hier die Probe FG8, bei der ebenfalls erst nach 85 °C dieser LO_3 -Bandenabfall beobachtet werden kann. Dies ist vermutlich auf den höheren Gehalt an Al_2O_3 im Glas zurückzuführen, der eine Stabilisierung der Struktur bedingt. Bei höheren Temperaturen zeigen die Meerwas-

serproben in Lösung hingegen wieder eine zunehmende LO_3 -Bande (im Gegensatz zu nahezu allen anderen Proben im Experiment bei Temperaturen von 60 °C und 85 °C), was auf eine zunehmende Porosität hindeutet.

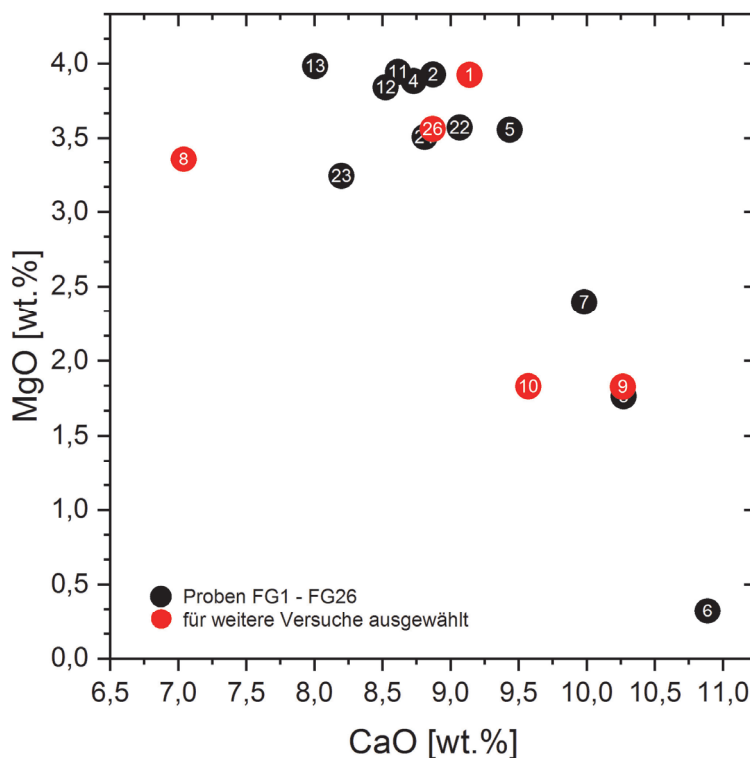


Abbildung 126: Verhältnis MgO/CaO in der Zusammensetzung der Ausgangsproben. Die Proben FG9 und FG10 unterscheiden sich deutlich von FG1, was sich in der Stabilität im Verlauf des Langzeitversuches widerspiegelt.

Bei der Aggregation von Silizium kommt es zur Einbindung der umgebenden Lösung und den gelösten Ionen wie Na, K und Ca. Diese werden dann bei höheren Temperaturen, also weiterem Fortschritt der Reaktion, wieder herausgelöst und lassen eine poröse Schicht auf dem Glas zurück, während die Konzentration dieser Ionen in der Lösung steigt. Dieser Effekt wird besonders bei 60 °C deutlich, während er bei 85 °C nicht mehr so intensiv zutage tritt, was auch in einer vollständig abgeplatzten und somit entfernten Alterationsschicht begründet sein kann. Man kann außerdem beobachten, dass dieser Vorgang, der sich durch eine erneut ausgeprägte LO_3 -Bande darstellt, nur in der Lösungszone der Proben stattfindet, nicht jedoch in der Dampfzone, was wiederum für die zur Porenbildung nötige konstante Laugung durch ein Lösungsmedium spricht (vergl. Anhang CC.22 Abbildung 155 bis C.25 Abbildung 158).

Bei 60 °C sind auch die Elementkonzentrationen von SO_4 und Mg reduziert, eine Ausnahme bildet FG1. Es ist davon auszugehen, dass es durch vermehrte Freisetzung von Na, K und Ca

bei FG8, FG9 und FG10 zur Ausfällung von Mg_2SO_4 kommt. Dies deckt sich auch mit der Beobachtung von teils erheblichem Bodensatz in den Probengefäßen besonders bei den Proben FG9 und FG10 nach Beendigung des Experiments. Das Verhältnis von Mg zu Ca ist bei FG1 im Vergleich zu den übrigen Proben hoch, der Mg-Gehalt ist der höchste aller Proben im Langzeitexperiment. Abbildung 85 legt nahe, dass es hier zu geringerer Lösung von Na, K und Ca aus dem Glas gekommen ist und demzufolge auch zu keiner Ausfällung von MgSO_4 . Die Bandenverschiebungen im FT-IRRS-Spektrogramm legen nahe, dass es an der Glasoberfläche der Probe FG1 zur Bildung von MgSiO_4 kommt.

Dultz et al. untersuchte den Effekt der Elektrolyte auf die Glasauflösung im Anfangsstadium der Korrosion. Er stellte fest, dass eine Al^{3+} -Konzentration von bis zu 1 mmol/L in der Lösung die Si-Freisetzung im Vergleich zu deionisiertem Wasser deutlich reduziert. Es ist daraus zu schlussfolgern, dass adsorbiertes Al^{3+} eine Art Schutz vor weiterer Lösung darstellt. Al^{3+} in der $[\text{AlO}]_4$ -Koordination führt zu einer negativen Ladung der O-Atome des Tetraeders, was Adsorption von Anionen am Si-Atom verhindert und somit die Auflösung des Glases verlangsamt. Dieser Effekt geht bei höheren Al^{3+} -Konzentrationen verloren, weil bei niedrigerem pH-Wert die Adsorption von Protonen dominiert (121). Neutrale oder positiv geladene Oberflächen bieten außerdem Adsorptionsmöglichkeiten für negativ geladene Zellwände von Bakterien und anderem organischen Material (121), was ebenfalls für den Fortschritt der Korrosion unter atmosphärischen Bedingungen eine Rolle spielt.

HPO_4^{2-} sowie SO_4^{2-} in der Lösung führen zu höherer Freisetzung von Silizium. Es ist davon auszugehen, dass diese Anionen einen ähnlichen Effekt haben wie OH^- , dessen erhöhende Wirkung auf die Lösungsrate bekannt und erforscht ist. Geht OH^- eine Verbindung mit Netzworkebildnern an der Glasoberfläche ein, bricht eine Si-O-Si-Bindung auf und wird mit fortschreitender Hydrolyse aus der Struktur gelöst (121). Eine verringernde Wirkung auf die Lösungsrate hat hingegen die orthosilicatische Säure H_4SiO_4 (122). Es kann somit zu einem sich selbst ausgleichenden Prozess kommen, der mit punktuell sehr unterschiedlichen pH-Werten respektive Lösungsraten einhergeht (vergl. Abbildung 123).

5.4 Schlussfolgerung

Während die grundlegenden Mechanismen der Glaskorrosion weitestgehend verstanden sind, lag das Augenmerk in dieser Arbeit auf sich selbst verstärkenden Mechanismen im Verlauf der Korrosion. Es zeigte sich, dass die Bildung von Verwitterungsprodukten an der Glasoberfläche eine längere Benetzung durch Feuchtigkeit zur Folge hat und daraufhin eine schnelle pH-Wert-Änderung erfolgen kann, was wiederum die Korrosion stärker voranschreiten lässt. Durch zyklische Kondensation wird zusätzlich ein Quell- und Schrumpfverhalten initiiert, das erneut die Oberfläche angreift. Kommt es zur Abplatzung oberer Schichten, kann sich in den Zwischenräumen der obersten Schichtlagen eine Art Mikroklima bilden, das zu punktuell sehr unterschiedlicher Korrosion führen kann, die dann in Form von Löchern, sphärischen Neokristalliten und Reorganisation der Lösungsprodukte sichtbar wird. Dieser sich selbst verstärkende Prozess wird in Abbildung 127 dargestellt. Ein solch komplexer Mechanismus besteht aus vielen Rückkopplungsprozessen, deren Untersuchung noch lange nicht abgeschlossen ist. In dieser Arbeit wurde dargestellt, dass im Damp-Heat-Versuch die Veränderungen schneller in die Tiefe voranschreiten, während die Gelschicht nach zyklischem Kondensationstest eine passivierende Funktion zu haben scheint. Was aber passiert mit einem Glas, das zunächst nur hoher Luftfeuchtigkeit sowie hoher Temperatur und erst danach einer zyklischen Kondensation ausgesetzt ist? Wird der korrosive Angriff dadurch verstärkt sein? Dies könnte beispielsweise beim Import von Gläsern aus tropischen Klimazonen eine Rolle spielen.

Interessant sind dabei die Analogien zu natürlichen Materialien, wobei es nicht speziell um natürliche Gläser geht. Diese sind häufig durch Lagerung im Erdreich oder auf dem Meeresboden sehr speziellen Alterationsbedingungen ausgesetzt. Vielmehr können Rückschlüsse aus dem Quell- und Schrumpfverhalten von Schichtsilicaten und anderen typischen Verwitterungsprodukten oder auch der Bildung sogenannter Liesegang-Ringe gezogen werden, also ganz allgemein aus der Verwitterung von Gesteinen unter atmosphärischen Bedingungen. Diese geologischen Prozesse sollten in der Glasforschung mehr Beachtung finden.

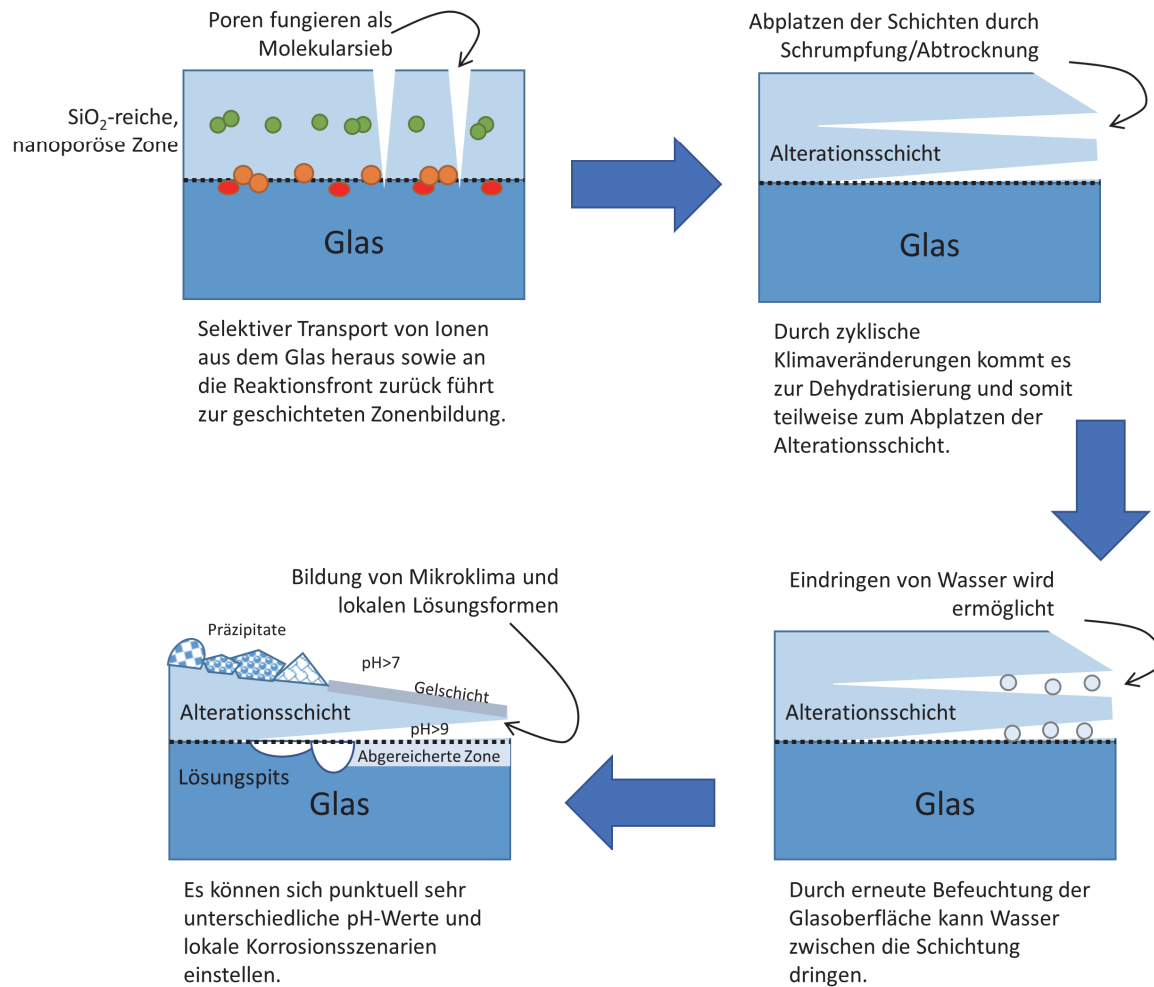


Abbildung 127: Durch zyklische Veränderung der Korrosionsbedingungen kommt es zunächst zur Hydratisierung und anschließendem Abtrocknen verbunden mit Schrumpfungsmechanismen der Oberfläche. Die alterierte Schicht löst sich vom Bulk-Glas und Wasser kann eindringen. Es kommt zur Ausbildung von lokalen Lösungsformen durch teils stark erhöhte pH-Wert in den Zwischenräumen der Schichten. Es kann in Abhängigkeit von der Zusammensetzung der Lösung, des pH-Wertes und der Dauer bzw. Intensität der Befeuchtung zur weiteren Ausbildung einer Gelschicht oder auch zur Ausfällung von Neokristalliten kommen. Dies beeinflusst wiederum die weitere Benetzbarkeit der Oberfläche und somit ihre Korrosionsanfälligkeit.

Während des Langzeitexperiments wurden auch bereits beschichtete Gläser (Dip Coating Verfahren) untersucht, die Darstellung der Ergebnisse war jedoch im Rahmen dieser Arbeit nicht möglich. Ein wichtiger Aspekt soll jedoch nicht vernachlässigt werden: Auch bereits beschichtete Gläser (poröses SiO₂) zeigen nahezu einen identischen Korrosionsverlauf und werden deutlich angegriffen. Eine AR-Beschichtung schützt also nicht vor Korrosion oder verlangsamt diese in nennenswertem Maße, was auch bei der Lagerung dieser Gläser beachtet werden muss. Die vorliegenden Ergebnisse sind somit auch auf bereits in Solarmodulen

verbaute und beschichtete Gläser übertragbar. Es konnte darüber hinaus gezeigt werden, dass die Wirkung der AR-Beschichtung nach 500 Tagen bei 4 °C und 20 °C in der Dampfzone noch in reduziertem Ausmaß vorhanden ist. Es wurde an diesen Gläsern weiterhin eine erhöhte solare Transmission von bis zu 4 % im Vergleich zur unbeschichteten Probe gemessen. Bei 60 °C und höheren Temperaturen ist die Krustenbildung jedoch so stark, dass es zu deutlicher Transmissionsreduzierung von -10 % und mehr kommt.

Insgesamt muss die Rissbildung in Form der Unterscheidung zwischen Radialrissen und Sekundärradialrissen weiter untersucht werden. Es ergaben sich Hinweise darauf, dass es einen Zusammenhang zwischen der Anzahl der gebildeten Sekundärradialrisse und der Hydratisierung der Glasoberfläche gibt, dies konnte in der vorliegenden Arbeit jedoch nicht einwandfrei belegt werden. Für weitere Untersuchungen können zusätzliche Versuche im Klimaschrank aufschlussreich sein.

Die Experimente im Klimaschrank haben gezeigt, dass deutliche Veränderungen an der Glasoberfläche in Form von Reorganisationsprozessen und daraus resultierenden alternierenden Elementkonzentrationen im Tiefenprofil nach unterschiedlicher Behandlungsdauer einsetzen. Während es bei FG26 bereits nach 7 Tagen deutlich messbare Veränderungen gab, war dies beim Glas FG8 mit höherem Aluminiumgehalt erst nach 25 Tagen der Fall. Es ist demnach nötig, Experimente in dieser Form noch über längere Zeiträume hinweg durchzuführen, um weitere Ergebnisse über die Beständigkeit zu erhalten. Darüber hinaus kann durch regelmäßiges Reinigen der Probe auch der Effekt des Entferns der Gelschicht untersucht werden. Wenn man davon ausgeht, dass eine Anreicherung der mobilen Ionen wie z.B. Natrium für eine verdichtete SiO₂-Gelschicht spricht, muss man daraus schlussfolgern, dass diese dann auch einen Schutz gegen weitere Korrosion bildet. Dieser Effekt ist beim Dampf-Heat-Test aufgetreten, der standardmäßig zur Messung der Korrosionsbeständigkeit angewendet wird. Es wird daraus ersichtlich, dass dieser Test nicht geeignet ist, um reale Bedingungen abzubilden.

Ein interessanter Aspekt dieser Arbeit ist die Alteration des Glases durch Kondensation bzw. Tröpfchenbildung. Das Verhältnis von Lösung zur Oberfläche SA/V ist hierbei größer als bei einem herkömmlichen Lösungsexperiment, aber wie groß genau? Näherungsweise kann man SA/V aus dem Durchmesser und dem Volumen eines Tröpfchens berechnen. In der Realität ist die Reaktionsfläche jedoch von der Benetzbarkeit des Glases abhängig: Ist diese eher hydrophob, wird SA eher klein und SA/V groß sein, ist die Oberfläche tendenziell hydrophil, erwarten wir eine große Benetzungsfläche und SA/V wird kleiner ausfallen, wie Abbildung 128 zeigt.

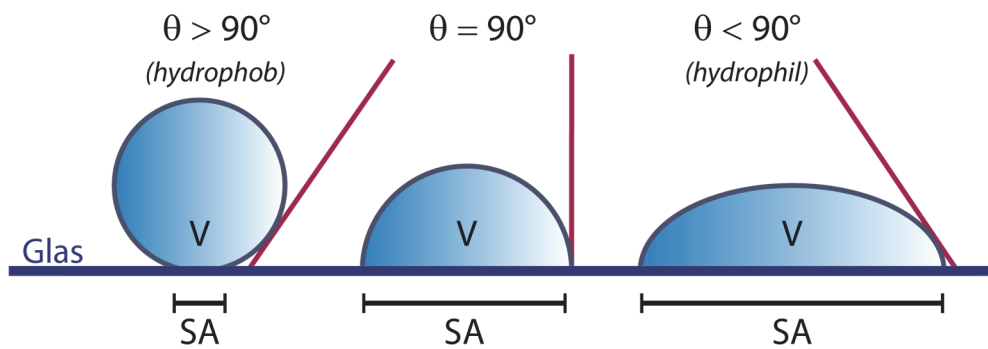


Abbildung 128: Tropfen auf der Glasoberfläche. Je nach Benetzungswinkel kann die Kontaktfläche auf dem Glas (SA) größer oder kleiner sein.

Nicht zuletzt spielen auch Dichte und Oberflächenspannung des Lösungströpfchens, Temperatur und weitere Parameter eine Rolle. Bereits bei einem großen Tropfendurchmesser von 1 cm ist jedoch ein $SA/V > 1 \text{ cm}^{-1}$ erreicht, die Korrosion schreitet also schnell voran (zum Vergleich: im Langzeitexperiment wurden i. d. R. Werte von $SA/V < 0,4 \text{ cm}^{-1}$ erreicht). Ist der Tropfen kleiner als $200 \mu\text{m}$ steigt SA/V schnell an und erreicht Werte von $SA/V > 200 \text{ cm}^{-1}$ (vergl. Abbildung 129).

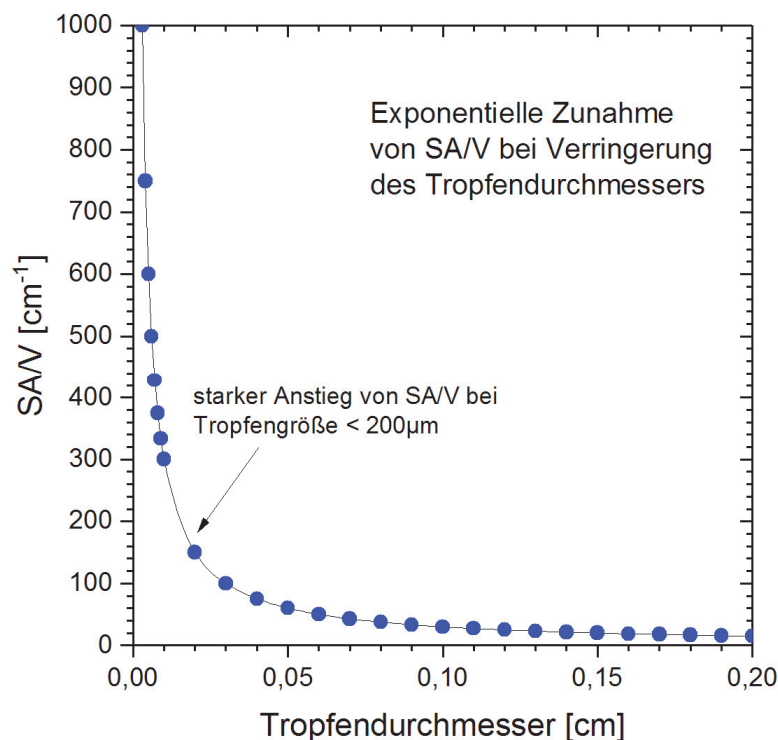


Abbildung 129: Das Verhältnis von Oberfläche zur Lösung SA/V steigt stark an, umso kleiner der Tropfen auf der Glasoberfläche ist. Eine schnelle pH-Wert-Erhöhung und damit verbunden eine erhöhte Korrosionsrate sind die Folge.

Es wird erneut sehr deutlich, welche speziellen und lokal sehr begrenzten Korrosionsvorgänge durch zyklische Kondensation hervorgerufen werden. Während durch das Klimaschrankexperiment sehr feine Abstufungen des Korrosionsfortschritts durch Messmethoden mit sehr geringer Eindringtiefe in das Glas herausgearbeitet wurden, zeigten sich nach dem Langzeitexperiment vor allem starke Zerstörungen durch Korrosion an der Glasoberfläche. Dies ermöglichte eine intensive Auseinandersetzung mit Neokristallisaten, Aggregaten und Reorganisation der obersten ausgelaugten Schicht in Form einer Gelschicht bzw. des Si-Netzwerks. Es zeigt sich auch hier erneut, dass bereits eine geringe Beimischung von 1,15 mol% Al_2O_3 die Gesamtstabilität des Glases erhöht, während ein CaO-Gehalt bereits ab 9 mol% eine erhöhte Netzwerkauflösungsrate bedingen kann. Diese Schlussfolgerungen konnten bereits nach den Klimaexperimenten gezogen werden und wurden im Langzeitexperiment bestätigt. Probe FG9 und FG10 zeigen sich am stärksten korrodiert, was auf ihren CaO-Gehalt von > 10 mol% aber auch auf das Verhältnis MgO/CaO zurückzuführen ist. Besonders in synthetischem Meerwasser und Natriumsulfatlösung bilden sich bei $60\text{ }^\circ\text{C}$ und $85\text{ }^\circ\text{C}$ mehr Inkrustationen in der Dampfzone als in der Lösungszone, was den Effekt der Kondensation von Tröpfchen und der damit verbundenen starken pH-Wert-Erhöhung deutlich macht. Sind dann noch Reaktionspartner wie Sulfate vorhanden, kommt es zur intensiven Aufwachsung von Kristallisaten wie Calciumsulfat (Gips) und weiteren Neokristallisaten. Im Anwendungsszenarium der Verwendung in einer Photovoltaikanlage in sonnenexponierter Umgebung (hohe Temperaturen) mit Nähe zum Meer (sea spray corrosion) wäre ein solches Glas nicht sehr stabil. Dies gilt ebenfalls für die Anwendung zur Gewinnung von Sonnenenergie in urbanen Räumen mit Schadstoffausstoß aus Verbrennungsmotoren und industriellem Schadstoffausstoß (Schwefeloxide und Stickoxide).

Anhang

A Evaluierung der Ausgangsgläser

A.1 Tabelle 8: chemische Zusammensetzung der Ausgangsproben (La-ICPMS Rohdaten)

ProbenNr.	SiO ₂		Na ₂ O		CaO		MgO		Al ₂ O ₃		K ₂ O		SO ₃		S		Fe ₂ O ₃		Fe	
	wt. %	± 2s	wt. %	± 2s	wt. %	± 2s	wt. %	± 2s	wt. %	± 2s	wt. %	± 2s	wt. %	± 2s	ppm	± 2s	wt. %	± 2s	ppm	± 2s
FG1	71,664	1,339	14,383	0,220	9,140	0,193	3,924	0,048	0,834	0,011	0,015	0,000	0,252	0,019	1006,250	76,213	0,017	0,001	119,504	9,042
FG2	72,388	2,179	14,015	0,262	8,871	0,237	3,926	0,060	0,764	0,013	0,006	0,000	0,252	0,027	1006,699	109,971	0,011	0,001	76,426	6,090
FG3	73,354	2,372	13,902	0,266	10,273	0,264	1,762	0,027	0,606	0,010	0,088	0,002	0,193	0,024	771,520	94,295	0,010	0,001	69,774	6,001
FG4	73,050	1,774	13,201	0,213	8,731	0,191	3,880	0,050	0,643	0,010	0,362	0,006	0,258	0,021	1032,933	85,793	0,076	0,002	529,698	15,793
FG5	72,966	1,590	13,352	0,195	9,436	0,203	3,556	0,046	0,654	0,010	0,008	0,000	0,320	0,025	1279,150	98,044	0,011	0,001	73,453	4,945
FG6	73,615	1,578	14,189	0,238	10,887	0,223	0,321	0,005	0,949	0,015	0,022	0,001	0,237	0,020	949,759	80,439	0,010	0,001	70,845	4,043
FG7	73,379	1,492	13,797	0,202	9,982	0,210	2,394	0,027	0,324	0,005	0,093	0,002	0,268	0,020	1070,645	81,891	0,012	0,001	81,979	4,588
FG8	73,863	1,852	13,696	0,273	7,041	0,199	3,355	0,050	1,968	0,030	0,018	0,001	0,245	0,023	979,238	90,620	0,015	0,001	102,328	6,172
FG9	73,490	2,141	13,679	0,249	10,268	0,264	1,827	0,028	0,605	0,009	0,119	0,003	0,189	0,019	754,934	76,436	0,008	0,001	57,156	4,208
FG10	73,272	1,477	14,723	0,242	9,573	0,216	1,830	0,025	0,565	0,009	0,024	0,001	0,386	0,027	1545,593	107,035	0,008	0,001	58,952	4,324
FG11	73,318	1,752	13,128	0,208	8,614	0,198	3,943	0,048	0,593	0,009	0,374	0,006	0,325	0,024	1298,041	94,256	0,013	0,001	90,395	5,398
FG12	73,638	2,057	12,994	0,249	8,525	0,217	3,839	0,056	0,578	0,009	0,300	0,006	0,307	0,024	1226,220	94,660	0,073	0,002	510,301	15,920
FG13	73,310	1,653	13,403	0,254	8,007	0,216	3,982	0,065	0,791	0,015	0,425	0,008	0,342	0,026	1366,339	102,804	0,046	0,002	323,417	11,565
FG16	73,633	1,941	13,584	0,243	8,289	0,181	3,660	0,044	0,813	0,012	0,005	0,000	0,360	0,026	1441,267	103,258	0,007	0,001	48,963	3,786
FG21	73,226	1,720	13,433	0,230	8,811	0,222	3,507	0,049	0,722	0,011	0,195	0,004	0,357	0,022	1428,575	89,829	0,060	0,002	422,696	14,547
FG22	73,222	1,761	13,462	0,231	9,069	0,216	3,571	0,049	0,646	0,010	0,006	0,000	0,335	0,024	1339,059	94,124	0,008	0,000	53,479	3,423
FG26	74,490	0,180	11,860	0,130	8,870	0,140	3,560	0,030	0,810	0,010	0,020	0,000	0,240	0,020	1057,000	65,000	0,009	0,000	73,000	11,000

A.1 Tabelle 9: chemische Zusammensetzung der Ausgangsproben (La-ICPMS Rohdaten) (Fortsetzung)

	Sb	Cl		Ti		Sr		Zr		Ce		Ba		P		Mn		Sn		
ProbenNr.	ppm	± 2s	ppm	± 2s	ppm	± 2s	ppm	± 2s	ppm	± 2s	ppm	± 2s	ppm	± 2s	ppm	± 2s	ppm	± 2s	ppm	± 2s
FG1	0,117	0,039	465,025	372,660	172,683	12,394	34,034	0,787	29,281	0,808	1,262	0,067	13,830	0,641	12,352	2,722	15,748	0,733	16,259	0,528
FG2	0,074	0,030	490,346	503,365	145,504	14,932	31,447	0,926	30,538	1,184	1,004	0,079	8,223	0,634	16,157	4,145	7,250	0,744	1,781	0,233
FG3	0,047	0,030	90,809	492,894	17,273	5,015	27,902	1,071	45,132	2,143	515,606	17,568	1,179	0,231	11,865	3,685	9,523	0,789	6,129	0,437
FG4	0,093	0,041	277,441	354,270	375,612	20,488	27,915	0,798	93,903	2,561	5,980	0,201	84,214	2,518	52,202	6,445	41,701	1,366	16,745	0,645
FG5	0,071	0,035	42,178	277,047	145,882	11,507	22,498	0,627	21,865	0,805	1,134	0,061	14,491	0,691	9,680	2,643	4,131	0,439	3,731	0,247
FG6	52,476	1,419	275,317	258,097	16,903	3,785	23,098	0,572	35,916	0,989	0,219	0,028	1,763	0,228	9,807	2,667	17,055	0,723	3,136	0,241
FG7	0,090	0,035	369,549	248,677	134,069	10,461	56,938	1,329	23,949	0,716	0,721	0,049	24,995	0,922	14,659	3,044	4,497	0,390	3,571	0,214
FG8	0,071	0,037	30,347	315,042	275,349	18,126	30,253	0,950	104,355	3,194	0,871	0,071	5,511	0,496	55,975	6,344	7,492	0,578	141,560	4,705
FG9	0,019	0,013	583,973	304,865	10,906	3,092	25,914	0,893	25,978	1,031	233,593	14,170	0,876	0,163	6,097	2,490	7,948	0,541	5,350	0,374
FG10	0,131	0,046	231,264	274,008	9,676	2,869	1521,579	35,108	32,110	1,113	0,267	0,032	15,656	0,736	8,521	2,911	25,945	1,028	5,690	0,313
FG11	0,022	0,013	235,515	274,192	102,558	9,896	34,957	0,943	21,291	0,690	2,206	0,099	78,097	2,270	18,380	3,727	5,728	0,484	3,783	0,257
FG12	0,021	0,004	288,103	275,374	322,003	18,113	24,052	0,736	116,473	3,528	5,864	0,202	79,171	2,711	56,964	6,497	43,801	1,463	75,685	2,323
FG13	0,506	0,099	218,673	286,988	192,288	14,607	32,254	0,985	26,258	0,985	2,981	0,128	73,505	2,313	33,273	4,883	56,199	1,628	5,975	0,356
FG16	1,355	0,155	322,863	206,460	67,466	7,874	17,911	0,581	42,506	1,205	1,432	0,087	3,284	0,310	8,216	2,667	2,224	0,366	6,036	0,344
FG21	2,015	0,175	731,665	218,275	315,735	18,271	84,924	2,396	48,003	1,498	3,517	0,145	76,882	2,782	22,940	3,679	41,669	1,369	12,043	0,535
FG22	0,089	0,035	321,030	179,692	130,486	10,012	19,646	0,552	20,395	0,685	1,034	0,060	10,516	0,561	12,622	2,696	3,453	0,321	1,788	0,167
FG26	0,090	0,030	503,000	67,000	65,100	4,900	28,890	0,530	21,010	0,740	1,320	0,060	11,240	0,660	24,900	2,900	4,560	0,430	5,240	0,240

A.1 Tabelle 10: chemische Zusammensetzung der Ausgangsproben (La-ICPMS Rohdaten) (Fortsetzung)

ProbenNr.	Li		Pb		Rb		Cr		Nd		V		Zn		Y		La		Hf	
	ppm	± 2s	ppm	± 2s	ppm	± 2s	ppm	± 2s	ppm	± 2s	ppm	± 2s	ppm	± 2s	ppm	± 2s	ppm	± 2s	ppm	± 2s
FG1	6,114	1,675	3,557	0,286	0,429	0,057	1,228	1,675	0,549	0,105	2,035	0,318	2,404	0,599	0,965	0,080	0,832	0,060	0,750	0,090
FG2	3,469	1,480	3,405	0,364	0,109	0,037	0,299	2,581	0,271	0,102	1,146	0,410	1,848	0,668	0,867	0,110	0,558	0,060	0,799	0,127
FG3	5,271	1,714	2,205	0,270	0,746	0,094	2,231	2,658	0,172	0,080	0,574	0,313	1,895	0,673	1,093	0,116	0,380	0,048	0,952	0,141
FG4	4,396	1,409	13,885	0,619	10,099	0,384	2,476	1,793	2,552	0,290	1,759	0,329	3,346	0,785	2,979	0,171	3,654	0,171	2,352	0,175
FG5	3,367	1,108	2,460	0,232	0,221	0,043	0,983	1,279	0,329	0,084	0,669	0,222	2,110	0,606	0,894	0,088	0,839	0,058	0,569	0,089
FG6	7,570	1,763	3,104	0,250	1,359	0,112	2,322	1,333	36,346	1,161	3,532	0,348	1,445	0,477	0,588	0,067	0,281	0,032	0,822	0,090
FG7	3,989	1,158	2,965	0,245	1,372	0,107	3,516	1,415	0,240	0,070	0,682	0,223	3,615	0,677	0,652	0,064	0,434	0,040	0,481	0,069
FG8	6,388	1,813	1,471	0,183	0,444	0,067	5,179	1,726	0,816	0,155	3,000	0,388	8,158	1,338	2,274	0,151	1,618	0,091	2,516	0,203
FG9	7,257	2,018	2,014	0,211	0,749	0,089	3,478	1,331	0,131	0,061	0,296	0,189	1,451	0,502	0,923	0,090	0,319	0,039	0,627	0,090
FG10	5,095	1,541	2,227	0,208	1,139	0,107	4,709	1,413	0,000	0,000	1,254	0,291	1,695	0,501	0,547	0,064	0,234	0,032	0,775	0,094
FG11	0,000	0,000	8,169	0,407	10,603	0,377	3,641	1,200	0,673	0,146	0,334	0,206	1,769	0,570	0,675	0,069	1,298	0,080	0,477	0,072
FG12	4,518	1,291	16,325	0,779	7,964	0,318	5,120	1,463	2,315	0,258	1,179	0,245	2,939	0,762	3,175	0,176	3,649	0,164	2,982	0,202
FG13	8,180	2,013	13,433	0,595	12,727	0,433	4,968	1,456	1,170	0,188	1,080	0,283	9,938	1,413	1,264	0,094	1,560	0,084	0,655	0,099
FG16	6,026	1,721	2,474	0,221	0,148	0,031	4,258	1,248	0,495	0,103	0,245	0,176	1,097	0,426	0,575	0,070	0,749	0,059	1,011	0,112
FG21	3,890	1,198	7,484	0,402	3,230	0,184	3,509	1,241	1,574	0,218	3,470	0,372	10,995	1,497	2,639	0,150	2,498	0,128	1,254	0,128
FG22	2,353	0,869	1,584	0,167	0,118	0,030	1,663	0,954	0,466	0,094	0,984	0,188	0,903	0,351	0,851	0,073	0,789	0,050	0,530	0,071
FG26	1,890	0,460	0,950	0,060	0,570	0,070	6,300	1,300	0,480	0,100	3,460	0,340	1,580	0,490	1,470	0,110	1,010	0,070	0,540	0,070

A.2 Tabelle 11: Materialkonstanten und -eigenschaften der Ausgangsproben

ProbenNr.	Packungsdichte APF	Dichte ρ	Dicke	NBO/T	NBO/T (AI NWB)	Molares Volumen V_m
	%	g/cm ³	mm			cm ³
FG1	49,85	2,50	3,17	0,73	0,76	14,00
FG2	49,61	2,50	3,19	0,71	0,74	13,87
FG3	49,79	2,51	3,12	0,69	0,71	13,94
FG4	49,61	2,50	2,82	0,69	0,71	13,86
FG5	49,62	2,50	3,14	0,70	0,72	13,82
FG6	49,56	2,49	3,01	0,65	0,69	13,92
FG7	49,70	2,50	3,10	0,71	0,72	13,90
FG8	49,35	2,48	3,06	0,58	0,64	13,85
FG9	49,74	2,50	3,10	0,68	0,70	13,92
FG10	49,93	2,51	3,13	0,70	0,72	13,89
FG11	49,56	2,50	2,85	0,69	0,71	13,85
FG12	49,42	2,49	3,18	0,68	0,70	13,88
FG13	49,64	2,50	3,90	0,68	0,70	13,75
FG16	49,65	2,50	3,10	0,67	0,70	13,82
FG21	49,65	2,50	2,99	0,68	0,71	13,89
FG22	49,67	2,50	3,28	0,69	0,72	13,85
FG26	49,32	2,50	3,87	0,62	0,65	13,54

A.3 Tabelle 12: Materialkonstanten und -eigenschaften der Ausgangsproben (Fortsetzung)

ProbenNr.	Geschwindigkeit long.		Laufzeit transversal	Geschwindigkeit trans.		L-Modul	E-Modul	Schubmodul G	Kompressionsmodul K	Poisson Zahl μ
	longitudinal	V_{long} m/s	μs	V_{trans} m/s	GPa	GPa	GPa	GPa	GPa	
FG1	1,12	5657,19	1,86	3412,36	80,14	71,53	29,18	43,47	0,23	
FG2	1,09	5857,74	1,86	3430,40	85,80	72,30	29,36	44,840	0,23	
FG3	1,09	5721,93	1,82	3422,62	82,17	70,53	29,35	39,41	0,20	
FG4	0,97	5845,58	1,64	3444,86	85,46	73,48	29,72	46,43	0,20	
FG5	1,11	5674,61	1,83	3439,98	80,58	71,87	29,53	42,31	0,22	
FG6	1,07	5611,74	1,76	3417,37	78,51	70,49	29,10	40,68	0,21	
FG7	1,07	5780,66	1,81	3418,75	83,61	72,16	29,17	45,73	0,24	
FG8	1,08	5699,69	1,79	3423,84	80,77	71,90	29,14	45,05	0,23	
FG9	1,10	5635,29	1,82	3405,81	79,54	70,39	29,05	40,81	0,21	
FG10	1,10	5689,33	1,85	3390,74	81,09	70,33	28,92	41,26	0,22	
FG11	1,00	5693,23	1,67	3422,72	81,01	70,35	29,22	39,67	0,20	
FG12	1,12	5685,08	1,87	3405,81	80,57	71,23	28,91	44,29	0,23	
FG13	1,34	5825,86	2,27	3442,85	84,93	73,04	29,66	45,39	0,23	
FG16	1,09	5747,24	1,80	3453,10	82,64	72,57	29,82	42,88	0,22	
FG21	1,03	5689,10	1,71	3420,03	81,01	70,67	29,32	39,96	0,21	
FG22	1,11	5883,29	1,87	3481,15	86,68	74,68	30,34	46,22	0,23	
FG26	1,33	5830,70	2,25	3436,21	84,86	72,73	29,47	45,56	0,23	

A.4 Tabelle 13: Rissbildung der Ausgangsproben FG1-FG26 (Indentation)

ProbenNr.	Risse gesamt		PCI % Radialrisse		PCI Radialrisse		PCI SecRadialrisse		PCI gesamt		PCI gesamt		CR Radialrisse		CR Radialrisse	
	Luft	Bad	Luft	%	Luft	%	Luft	%	Luft	%	Luft	%	Luft	mN	Bad	mN
FG1	20	92	2,69	18,85	1,250	4,134	3,94	22,98	>1500	>1500	>1500	>1500	>1500	>1500		>1500
FG2	152	212	29,62	48,46	7,212	8,27	36,83	56,73	1250	1250	1250	1250	1250	900		900
FG3	134	225	23,46	53,08	7,019	8,37	30,48	61,44	1300	1300	1300	1300	1300	400		400
FG4	155	218	28,46	47,31	7,788	9,14	36,25	56,44	1150	1150	1150	1150	1150	600		600
FG5	137	224	24,23	46,15	7,115	10,00	31,35	56,15	1000	1000	1000	1000	1000	600		600
FG6	0	239	0,00	58,46	0,000	8,37	0,00	66,83	>1500	>1500	>1500	>1500	>1500	450		450
FG7	118	219	22,31	58,85	5,769	6,35	28,08	65,19	1225	1225	1225	1225	1225	400		400
FG8	85	182	13,85	34,62	4,712	8,85	18,56	43,46	>1500	>1500	>1500	>1500	>1500	1000		1000
FG9	116	219	16,15	53,46	7,115	7,69	23,27	61,15	>1500	>1500	>1500	>1500	>1500	500		500
FG10	0	154	0,00	38,46	0,000	5,19	0,00	43,65	1200	1200	1200	1200	1200	1200		1200
FG11	105	120	25,39	34,62	3,750	2,89	29,14	37,50	1075	1075	1400	1400	1400	1075		1075
FG12	25	52	5,39	13,08	1,058	1,73	6,44	14,81	>1500	>1500	>1500	>1500	>1500	>1500		>1500
FG13	139	188	27,69	49,23	6,442	5,77	34,14	55,00	700	700	1300	1300	1300	700		700
FG16	135	217	37,69	56,15	3,558	6,83	41,25	62,98	800	800	1250	1250	1250	800		800
FG21	191	222	41,15	63,85	8,077	5,39	49,23	69,23	400	400	1100	1100	1100	400		400
FG22	183	185	43,85	40,39	6,635	7,69	50,48	48,08	1200	1200	1000	1000	1000	1200		1200
FG26	115	217	23,85	60,77	5,096	5,67	28,94	66,44	500	500	1325	1325	1325	500		500

A.5 Tabelle 14: mechanische Eigenschaften der Ausgangsproben FG1-FG26 (Indentation)

ProbenNr.	Härte H_V		Härte H_V		Br (c/a)		Br (c/a)		K_{IFT}		K_{IFT}		B	
	Luft	GPa	Bad	GPa	Luft	GPa	Bad	GPa	Luft	GPa	Luft	GPa	Luft	GPa
FG1	6,71	7,00	7,06	7,00	0,40	1,38	1,38	0,73	0,66	8,98	10,62	10,62	8,98	10,62
FG2	6,71	7,06	7,06	7,06	1,62	2,00	2,00	0,59	0,53	11,44	13,24	13,24	11,44	13,24
FG3	6,59	6,75	6,75	6,75	1,54	2,05	2,05	0,63	0,51	10,68	13,45	13,45	10,68	13,45
FG4	6,51	6,67	6,67	6,67	1,73	2,03	2,03	0,60	0,52	10,96	12,98	12,98	10,96	12,98
FG5	6,58	6,78	6,78	6,78	1,49	2,03	2,03	0,58	0,52	11,43	13,26	13,26	11,43	13,26
FG6	6,25	6,49	6,49	6,49	0,00	2,12	2,12	0,00	0,49	0,00	13,44	13,44	0,00	13,44
FG7	6,50	6,87	6,87	6,87	1,36	1,77	1,77	0,58	0,58	11,26	11,98	11,98	11,26	11,98
FG8	6,45	6,53	6,53	6,53	0,82	1,81	1,81	0,70	0,56	9,28	11,79	11,79	9,28	11,79
FG9	6,25	6,50	6,50	6,50	1,25	1,83	1,83	0,63	0,59	9,93	11,11	11,11	9,93	11,11
FG10	6,49	7,16	7,16	7,16	0,00	1,57	1,57	0,00	0,62	0,00	11,68	11,68	0,00	11,68
FG11	7,13	6,61	6,61	6,61	1,21	1,52	1,52	0,70	0,64	10,44	10,58	10,58	10,44	10,58
FG12	6,10	6,20	6,20	6,20	0,84	1,22	1,22	0,82	0,67	7,45	9,25	9,25	7,45	9,25
FG13	6,59	6,69	6,69	6,69	1,49	1,76	1,76	0,59	0,60	11,45	11,28	11,28	11,45	11,28
FG16	6,85	6,67	6,67	6,67	1,60	1,94	1,94	0,61	0,57	11,58	11,78	11,78	11,58	11,78
FG21	7,19	7,34	7,34	7,34	1,96	2,27	2,27	0,51	0,45	14,49	16,55	16,55	14,49	16,55
FG22	7,21	7,21	7,21	7,21	2,04	2,16	2,16	0,54	0,50	13,63	14,86	14,86	13,63	14,86
FG26	6,73	6,97	6,97	6,97	1,50	2,03	2,03	0,58	0,53	11,54	13,30	13,30	11,54	13,30

A.6 Tabelle 15: Indentation Messwerte aller Kräfte (300-1500mN) der Ausgangsproben FG1-FG26, Luftseite

Probe 1 Luftseite																	
Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a) Durchmesser	K _{IFT} [MPa m-1/2]	B [µm-1/2]
300	8,40	0,13	7,88	1,20	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,20	--
400	9,86	0,24	7,63	1,41	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,93	--
500	11,36	0,21	7,19	1,63	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,68	--
600	12,64	0,40	6,96	1,81	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,32	--
700	14,08	0,15	6,55	2,02	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,04	--
800	14,88	0,19	6,70	2,13	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,44	--
900	15,21	0,18	7,21	2,18	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,61	--
1000	16,26	0,39	7,01	2,33	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	8,13	--
1100	17,37	0,37	6,76	2,49	1	2	3	13,48	0,00	14,00	0,14	5	2,5	7,5	1,55	8,69	8,12
1200	18,30	0,27	6,64	2,62	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	9,15	--
1300	19,15	0,32	6,57	2,75	4	10	14	16,90	0,74	14,92	0,99	20	12,5	32,5	1,76	9,58	9,25
1400	19,99	0,41	6,50	2,87	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	9,99	--
1500	21,11	0,36	6,24	3,03	2	1	3	20,03	0,71	19,93	0,00	10	1,25	11,25	1,90	10,56	9,58

Probe 2 Luftseite																	
Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a) Durchmesser	K _{IFT} [MPa m-1/2]	B [µm-1/2]
300	8,93	0,48	6,98	1,28	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,46	--
400	10,51	0,54	6,72	1,51	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,25	--
500	11,46	0,42	7,06	1,64	3	2	5	9,79	0,14	9,82	0,13	15	2,5	17,5	1,71	5,73	11,73
600	12,40	0,49	7,24	1,78	5	8	13	11,21	0,59	11,13	0,92	25	10	35	1,81	6,20	12,45
700	14,04	0,48	6,59	2,01	2	5	7	12,39	0,10	11,73	0,59	10	6,25	16,25	1,77	7,02	10,77

Anhang

800	15,04	0,28	6,56	2,16	3	5	8	14,06	0,01	13,35	0,58	15	6,25	21,25	1,87	7,52	0,58	11,32
900	15,49	0,48	6,96	2,22	6	7	13	14,59	0,59	14,84	0,95	30	8,75	38,75	1,88	7,74	0,60	11,61
1000	16,66	0,30	6,68	2,39	6	8	14	15,86	0,68	16,01	0,66	30	10	40	1,90	8,33	0,60	11,15
1100	17,62	0,43	6,57	2,53	7	10	17	17,20	0,72	16,84	1,31	35	12,5	47,5	1,95	8,81	0,59	11,16
1200	18,52	0,70	6,49	2,65	11	8	19	18,69	0,94	18,49	0,91	55	10	65	2,02	9,26	0,57	11,38
1300	18,67	0,57	6,92	2,68	9	9	18	18,87	0,49	18,46	1,13	45	11,25	56,25	2,02	9,34	0,59	11,72
1400	19,82	0,36	6,61	2,84	12	8	20	19,34	2,00	19,27	1,17	60	10	70	1,95	9,91	0,63	10,54
1500	20,08	0,39	6,90	2,88	13	5	18	21,20	2,60	21,27	1,79	65	6,25	71,25	2,11	10,04	0,57	12,06

Probe 3 Luftseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte Hv [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{FT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,66	0,44	7,43	1,24	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,33	--	--
400	10,12	0,40	7,24	1,45	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,06	--	--
500	11,50	0,50	7,01	1,65	2	2	4	8,99	0,58	8,86	0,04	10	2,5	12,5	1,56	5,75	0,68	10,36
600	12,53	0,21	7,08	1,80	3	4	7	10,29	0,18	9,85	0,23	15	5	20	1,64	6,27	0,66	10,72
700	13,82	0,41	6,79	1,98	2	3	5	11,91	0,20	11,65	0,55	10	3,75	13,75	1,72	6,91	0,63	10,75
800	15,11	0,36	6,50	2,17	3	4	7	12,96	0,66	13,28	0,63	15	5	20	1,71	7,56	0,65	9,99
900	15,73	0,41	6,74	2,26	6	6	12	14,59	0,89	14,58	1,34	30	7,5	37,5	1,85	7,87	0,60	11,21
1000	16,81	0,28	6,56	2,41	3	4	7	15,37	0,38	15,13	0,35	15	5	20	1,83	8,40	0,63	10,49
1100	17,80	0,53	6,44	2,55	4	13	17	16,55	0,91	16,40	1,10	20	16,25	36,25	1,86	8,90	0,62	10,34
1200	18,76	0,34	6,32	2,69	7	11	18	17,42	0,62	17,21	0,96	35	13,75	48,75	1,86	9,38	0,63	9,97
1300	18,84	0,30	6,79	2,70	10	10	20	18,41	1,21	18,13	2,12	50	12,5	62,5	1,95	9,42	0,61	11,13
1400	19,58	0,45	6,77	2,81	9	9	18	19,95	0,45	17,77	1,77	45	11,25	56,25	2,04	9,79	0,58	11,61
1500	20,61	0,56	6,55	2,96	12	7	19	20,80	1,91	20,50	1,19	60	8,75	68,75	2,02	10,31	0,60	10,96

Probe 4 Luftseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risse SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{FT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,66	0,40	7,41	1,24	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,33	--	--
400	9,84	0,36	7,66	1,41	1	0	1	7,81	0,00	0,00	0,00	5	0	5	1,59	4,92	0,65	11,71
500	11,54	0,33	6,96	1,65	2	1	3	9,88	0,12	8,50	0,00	10	1,25	11,25	1,71	5,77	0,60	11,57
600	12,85	0,37	6,74	1,84	4	4	8	11,13	0,14	10,75	0,62	20	5	25	1,73	6,43	0,61	10,97
700	14,14	0,29	6,49	2,03	4	5	9	12,01	0,33	12,28	0,89	20	6,25	26,25	1,70	7,07	0,65	9,97
800	15,27	0,44	6,37	2,19	5	3	8	14,11	0,29	13,69	1,04	25	3,75	28,75	1,85	7,63	0,59	10,78
900	15,95	0,53	6,56	2,29	5	8	13	14,88	0,49	14,10	0,57	25	10	35	1,87	7,97	0,60	10,87
1000	16,85	0,26	6,53	2,42	7	9	16	16,47	0,44	15,17	1,46	35	11,25	46,25	1,96	8,42	0,58	11,31
1100	17,75	0,33	6,48	2,54	9	9	18	17,10	0,38	16,80	0,70	45	11,25	56,25	1,93	8,87	0,60	10,74
1200	18,10	0,54	6,79	2,59	11	7	18	18,20	0,68	17,87	0,77	55	8,75	63,75	2,01	9,05	0,59	11,61
1300	19,49	0,40	6,35	2,79	9	12	21	19,43	0,73	19,17	0,74	45	15	60	1,99	9,74	0,59	10,68
1400	20,01	0,38	6,48	2,87	9	12	21	19,76	1,03	19,56	1,50	45	15	60	1,98	10,01	0,62	10,50
1500	20,67	0,55	6,51	2,96	8	11	19	22,01	1,03	21,21	1,18	40	13,75	53,75	2,13	10,34	0,56	11,59

Probe 5 Luftseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risse SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{FT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,59	0,28	7,53	1,23	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,30	--	--
400	10,10	0,53	7,28	1,45	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,05	--	--
500	11,64	0,55	6,85	1,67	5	2	7	10,17	0,29	9,90	0,11	25	2,5	27,5	1,75	5,82	0,57	11,91
600	12,80	0,54	6,79	1,84	1	2	3	11,33	0,00	11,60	0,49	5	2,5	7,5	1,77	6,40	0,59	11,52
700	13,84	0,43	6,77	1,98	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,92	--	--
800	15,03	0,52	6,57	2,16	2	2	4	13,97	0,28	15,00	0,82	10	2,5	12,5	1,86	7,52	0,58	11,25

Anhang

900	16,03	0,45	6,49	2,30	4	5	9	15,59	0,62	14,87	0,82	20	6,25	26,25	1,95	8,02	0,56	11,60
1000	16,70	0,40	6,65	2,39	10	9	19	15,77	1,27	15,24	0,88	50	11,25	61,25	1,89	8,35	0,60	11,02
1100	17,24	0,53	6,86	2,47	6	12	18	17,16	1,11	17,04	1,03	30	15	45	1,99	8,62	0,58	11,90
1200	18,88	0,42	6,24	2,71	7	9	16	18,75	0,68	17,48	1,06	35	11,25	46,25	1,99	9,44	0,58	10,81
1300	18,92	0,58	6,73	2,71	8	14	22	19,03	0,99	17,96	1,37	40	17,5	57,5	2,01	9,46	0,59	11,43
1400	20,01	0,38	6,48	2,87	9	10	19	20,70	0,34	20,29	1,13	45	12,5	57,5	2,07	10,01	0,57	11,38
1500	20,53	0,71	6,60	2,94	11	9	20	22,09	1,50	20,08	1,82	55	11,25	66,25	2,15	10,26	0,55	12,04

Probe 6 Luftseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risse SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,34	0,27	7,99	1,20	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	4,17	--	--
400	10,12	0,41	7,25	1,45	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	5,06	--	--
500	11,79	0,34	6,67	1,69	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	5,90	--	--
600	12,87	0,40	6,72	1,84	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	6,43	--	--
700	14,18	0,40	6,46	2,03	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	7,09	--	--
800	15,07	0,35	6,53	2,16	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	7,54	--	--
900	16,13	0,32	6,42	2,31	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	8,06	--	--
1000	17,15	0,46	6,31	2,46	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	8,57	--	--
1100	17,96	0,40	6,32	2,58	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	8,98	--	--
1200	19,10	0,47	6,10	2,74	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	9,55	--	--
1300	19,78	0,37	6,16	2,84	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	9,89	--	--
1400	20,60	0,38	6,12	2,95	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	10,30	--	--
1500	21,44	0,47	6,05	3,07	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	10,72	--	--

Probe 7 Luftseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risse SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,53	0,44	7,65	1,22	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,26	--	--
400	9,94	0,19	7,50	1,43	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,97	--	--
500	11,64	0,31	6,85	1,67	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,82	--	--
600	12,53	0,26	7,09	1,80	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,26	--	--
700	13,89	0,30	6,73	1,99	2	5	7	11,74	1,19	11,69	1,06	10	6,25	16,25	1,69	6,95	0,66	10,25
800	14,95	0,25	6,64	2,14	2	3	5	13,50	1,17	12,36	0,03	10	3,75	13,75	1,81	7,47	0,61	10,85
900	16,04	0,37	6,49	2,30	2	5	7	13,68	0,96	12,66	0,69	10	6,25	16,25	1,71	8,02	0,68	9,50
1000	16,68	0,55	6,67	2,39	7	8	15	17,44	1,10	14,19	1,23	35	10	45	2,09	8,34	0,52	12,82
1100	17,57	0,33	6,61	2,52	4	7	11	17,53	0,90	15,99	0,54	20	8,75	28,75	2,00	8,79	0,57	11,59
1200	18,64	0,31	6,40	2,67	9	8	17	19,76	1,05	17,85	1,59	45	10	55	2,12	9,32	0,53	12,13
1300	19,29	0,33	6,48	2,77	13	5	18	19,30	1,16	17,57	1,42	65	6,25	71,25	2,00	9,65	0,59	10,99
1400	20,07	0,46	6,44	2,88	10	11	21	20,86	0,94	18,77	0,98	50	13,75	63,75	2,08	10,04	0,57	11,38
1500	21,03	0,35	6,29	3,02	9	8	17	23,00	1,91	22,00	1,14	45	10	55	2,19	10,52	0,53	11,86

Probe 8 Luftseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risse SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,71	0,34	7,33	1,25	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,36	--	--
400	9,64	0,45	7,99	1,38	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,82	--	--
500	11,36	0,46	7,19	1,63	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,68	--	--
600	12,59	0,40	7,02	1,81	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,30	--	--
700	13,71	0,33	6,90	1,97	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,86	--	--
800	15,20	0,29	6,42	2,18	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,60	--	--

Anhang

900	16,53	0,42	6,11	2,37	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0,00	8,27	--	--
1000	16,77	0,42	6,59	2,40	4	8	12	14,01	0,44	13,51	0,66	20	10	30	1,67	8,39	0,73	9,09
1100	17,51	0,55	6,66	2,51	6	10	16	14,89	0,53	14,43	0,71	30	12,5	42,5	1,70	8,75	0,72	9,19
1200	18,97	0,67	6,18	2,72	6	7	13	16,39	0,89	15,37	0,72	30	8,75	38,75	1,73	9,49	0,71	8,71
1300	19,28	0,50	6,49	2,76	8	9	17	16,99	0,81	15,65	1,68	40	11,25	51,25	1,76	9,64	0,71	9,12
1400	19,70	0,48	6,69	2,82	5	7	12	18,33	0,75	16,87	0,85	25	8,75	33,75	1,86	9,85	0,67	9,94
1500	20,78	0,73	6,44	2,98	7	8	15	19,50	0,60	18,07	1,28	35	10	45	1,88	10,39	0,67	9,62

Probe 9 Luftseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,47	0,33	7,76	1,21	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,23	--	--
400	10,06	0,26	7,33	1,44	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,03	--	--
500	11,44	0,38	7,08	1,64	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,72	--	--
600	12,51	0,44	7,11	1,79	2	1	3	9,78	0,40	10,51	0,00	10	1,25	11,25	1,56	6,26	0,71	10,00
700	13,96	0,28	6,66	2,00	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,98	--	--
800	15,03	0,34	6,57	2,16	3	6	9	14,09	0,75	13,58	1,22	15	7,5	22,5	1,88	7,52	0,57	11,52
900	16,29	0,27	6,29	2,33	2	3	5	13,99	0,27	13,84	0,75	10	3,75	13,75	1,72	8,14	0,66	9,50
1000	17,13	0,38	6,32	2,46	4	4	8	15,43	0,53	14,97	0,09	20	5	25	1,80	8,57	0,63	9,97
1100	18,04	0,41	6,27	2,59	5	11	16	16,49	0,47	16,14	0,68	25	13,75	38,75	1,83	9,02	0,63	9,89
1200	19,10	0,36	6,10	2,74	6	14	20	17,21	0,90	17,14	0,81	30	17,5	47,5	1,80	9,55	0,66	9,28
1300	19,70	0,36	6,21	2,83	6	13	19	18,52	0,77	17,40	0,95	30	16,25	46,25	1,88	9,85	0,63	9,83
1400	20,45	0,40	6,21	2,93	6	11	17	18,72	0,91	18,67	1,01	30	13,75	43,75	1,83	10,23	0,67	9,26
1500	21,52	0,37	6,00	3,09	8	11	19	21,63	1,13	20,08	1,16	40	13,75	53,75	2,01	10,76	0,59	10,22

Probe 10 Luftseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,89	0,38	8,93	1,13	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	3,95	--	--
400	9,58	0,30	8,08	1,37	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	4,79	--	--
500	11,03	0,24	7,62	1,58	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	5,52	--	--
600	12,84	0,55	6,75	1,84	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	6,42	--	--
700	13,55	0,29	7,07	1,94	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	6,78	--	--
800	14,89	0,36	6,70	2,13	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	7,44	--	--
900	16,16	0,39	6,39	2,32	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	8,08	--	--
1000	16,71	0,38	6,64	2,40	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	8,35	--	--
1100	17,63	0,29	6,56	2,53	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	8,82	--	--
1200	18,81	0,32	6,29	2,70	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	9,40	--	--
1300	18,95	0,38	6,71	2,72	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	9,48	--	--
1400	20,08	0,65	6,44	2,88	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	10,04	--	--
1500	21,20	0,41	6,19	3,04	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,00	10,60	--	--

Probe 11 Luftseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,15	0,51	10,90	1,02	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,57	--	--
400	8,77	0,46	9,64	1,26	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,39	--	--
500	10,03	0,38	9,23	1,44	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,01	--	--
600	11,82	0,50	7,97	1,69	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,91	--	--
700	12,56	0,27	8,22	1,80	4	0	4	11,90	0,68	0,00	0,00	20	0	20	1,89	6,28	0,57	14,33
800	13,85	0,28	7,74	1,98	3	0	3	11,27	0,50	0,00	0,00	15	0	15	1,63	6,92	0,73	10,55

Anhang

900	15,67	0,42	6,80	2,25	5	1	6	12,48	1,19	11,60	0,00	25	1,25	26,25	1,59	7,84	0,76	8,98
1000	15,75	0,58	7,48	2,26	6	1	7	14,13	1,12	14,57	0,00	30	1,25	31,25	1,79	7,87	0,67	11,24
1100	17,10	0,47	6,97	2,45	8	3	11	14,40	0,83	15,32	0,80	40	3,75	43,75	1,68	8,55	0,74	9,48
1200	18,17	0,33	6,74	2,60	10	5	15	15,50	1,40	14,57	0,59	50	6,25	56,25	1,71	9,08	0,73	9,23
1300	18,22	0,50	7,26	2,61	8	9	17	16,44	0,72	16,10	1,22	40	11,25	51,25	1,80	9,11	0,70	10,39
1400	18,74	0,79	7,40	2,69	10	10	20	17,09	1,04	16,61	1,54	50	12,5	62,5	1,82	9,37	0,70	10,51
1500	20,44	0,75	6,66	2,93	12	10	22	18,28	1,08	18,11	1,74	60	12,5	72,5	1,79	10,22	0,72	9,27

Probe 12 Luftseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,54	0,31	7,62	1,22	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,27	--	--
400	10,20	0,34	7,13	1,46	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,10	--	--
500	11,58	0,41	6,91	1,66	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,79	--	--
600	13,09	0,48	6,49	1,88	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,55	--	--
700	14,17	0,34	6,47	2,03	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,08	--	--
800	15,36	0,40	6,29	2,20	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,68	--	--
900	16,28	0,38	6,29	2,33	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	1,55	8,14	0,78	8,08
1000	17,31	0,37	6,19	2,48	1	0	1	12,60	0,00	0,00	0,00	5	0	5	1,46	8,66	0,87	7,09
1100	18,42	0,24	6,02	2,64	1	0	1	13,30	0,00	0,00		5	0	5	1,44	9,21	0,90	6,70
1200	19,33	0,45	5,96	2,77	5	3	8	15,43	0,82	14,13	0,10	25	3,75	28,75	1,60	9,66	0,79	7,56
1300	19,93	0,37	6,07	2,86	3	3	6	15,75	0,33	15,70	1,15	15	3,75	18,75	1,58	9,96	0,82	7,40
1400	20,71	0,30	6,05	2,97	2	4	6	16,40	0,39	16,68	0,60	10	5	15	1,58	10,36	0,83	7,27
1500	21,73	0,36	5,89	3,12	2	1	3	18,85	0,28	16,09	0,00	10	1,25	11,25	1,73	10,87	0,73	8,02

Probe 13 Luftseite

Anhang

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risse SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{FT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,52	0,24	7,66	1,22	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,26	--	--
400	9,96	0,41	7,48	1,43	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,98	--	--
500	11,42	0,43	7,11	1,64	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,71	--	--
600	12,21	0,58	7,47	1,75	1	0	1	11,74	0,00	0,00	0,00	5	0	5	1,92	6,10	0,54	13,91
700	13,74	0,40	6,87	1,97	3	2	5	12,73	0,85	13,15	1,06	15	2,5	17,5	1,85	6,87	0,58	11,88
800	14,95	0,41	6,64	2,14	4	6	10	14,61	0,38	14,73	0,76	20	7,5	27,5	1,95	7,48	0,55	12,13
900	15,91	0,35	6,60	2,28	9	4	13	15,54	1,18	15,38	1,14	45	5	50	1,95	7,95	0,56	11,72
1000	16,61	0,48	6,72	2,38	5	7	12	15,18	1,06	15,77	1,41	25	8,75	33,75	1,83	8,31	0,64	10,47
1100	17,41	0,25	6,73	2,50	6	11	17	17,06	0,84	16,00	1,87	30	13,75	43,75	1,96	8,71	0,59	11,36
1200	18,43	0,56	6,56	2,64	12	7	19	18,63	1,11	17,65	1,07	60	8,75	68,75	2,02	9,21	0,57	11,43
1300	19,14	0,35	6,58	2,74	10	9	19	19,04	1,29	18,56	0,70	50	11,25	61,25	1,99	9,57	0,60	10,98
1400	19,93	0,60	6,54	2,86	11	9	20	19,27	1,45	18,88	1,27	55	11,25	66,25	1,93	9,97	0,64	10,26
1500	20,91	0,35	6,36	3,00	11	12	23	20,86	1,25	20,39	1,22	55	15	70	2,00	10,45	0,61	10,37

Probe 16 Luftseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risse SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{FT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,70	0,40	9,37	1,10	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,85	--	--
400	9,57	0,18	8,10	1,37	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,78	--	--
500	10,99	0,54	7,67	1,58	5	0	5	9,96	0,39	0,00	0,00	25	0	25	1,81	5,50	0,56	13,62
600	12,44	0,33	7,19	1,78	4	0	4	12,51	0,71	0,00	0,00	20	0	20	2,01	6,22	0,50	14,51
700	13,59	0,43	7,03	1,95	5	0	5	12,42	0,26	0,00	0,00	25	0	25	1,83	6,79	0,59	11,89
800	14,25	0,68	7,31	2,04	6	0	6	13,36	1,35	0,00	0,00	30	0	30	1,88	7,13	0,59	12,30
900	15,54	0,27	6,91	2,23	9	1	10	14,22	0,69	14,10	0,00	45	1,25	46,25	1,83	7,77	0,63	11,04

Anhang

1000	16,60	0,31	6,73	2,38	11	1	12	15,63	1,67	14,70	0,00	55	1,25	56,25	1,88	8,30	0,61	11,00
1100	17,30	0,39	6,81	2,48	8	7	15	15,65	1,20	14,21	0,95	40	8,75	48,75	1,81	8,65	0,67	10,21
1200	18,24	0,38	6,69	2,61	12	5	17	17,54	1,29	16,93	1,92	60	6,25	66,25	1,92	9,12	0,62	10,81
1300	18,73	0,64	6,87	2,68	8	10	18	16,96	1,24	16,73	1,46	40	12,5	52,5	1,81	9,36	0,70	9,88
1400	19,76	0,44	6,65	2,83	12	7	19	19,15	1,34	17,56	1,55	60	8,75	68,75	1,94	9,88	0,64	10,47
1500	20,25	0,62	6,78	2,90	18	6	24	21,14	1,46	20,73	0,87	90	7,5	97,5	2,09	10,12	0,58	11,68

Probe 21 Luftseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte Hv [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{FT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,71	0,88	9,37	1,10	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0,00	0,00	3,85	--	--
400	9,06	0,34	9,05	1,30	2	0	2	9,62	0,56	0,00	0,00	10	0	10,00	2,12	4,53	0,43	20,97
500	10,68	0,50	8,13	1,53	10	5	15	10,45	0,66	10,73	0,43	50	6,25	56,25	1,96	5,34	0,50	16,18
600	12,04	0,76	7,68	1,73	8	6	14	12,17	0,69	11,35	0,88	40	7,5	47,50	2,02	6,02	0,49	15,57
700	12,88	0,49	7,82	1,85	10	6	16	13,80	0,96	13,30	0,44	50	7,5	57,50	2,14	6,44	0,47	16,56
800	14,14	0,56	7,42	2,03	5	6	11	14,33	1,15	14,32	0,84	25	7,5	32,50	2,03	7,07	0,52	14,16
900	15,14	0,50	7,29	2,17	8	10	18	16,09	0,78	15,20	1,55	40	12,5	52,50	2,13	7,57	0,50	14,57
1000	16,04	0,63	7,21	2,30	10	7	17	17,02	0,55	17,01	1,05	50	8,75	58,75	2,12	8,02	0,51	14,05
1100	16,83	0,76	7,21	2,41	9	12	21	18,10	1,34	17,19	1,86	45	15	60,00	2,15	8,41	0,51	14,00
1200	17,81	0,31	7,01	2,55	9	5	14	19,03	1,55	19,01	0,79	45	6,25	51,25	2,14	8,91	0,53	13,28
1300	19,02	0,44	6,67	2,73	11	8	19	20,96	1,29	20,23	1,15	55	10	65,00	2,20	9,51	0,51	13,13
1400	18,85	0,59	7,31	2,70	10	10	20	21,28	0,81	19,89	1,58	50	12,5	62,50	2,26	9,43	0,51	14,31
1500	19,42	0,85	7,37	2,78	15	9	24	21,35	1,97	20,65	3,19	75	11,25	86,25	2,20	9,71	0,54	13,61

Probe 22 Luftseite

Anhang

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{FT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,91	0,38	8,90	1,13	3	0	3	7,46	0,58	0,00	0,00	15	0	15	1,89	3,95	0,49	18,13
400	9,44	0,42	8,33	1,35	2	2	4	8,03	0,18	8,57	0,16	10	2,5	12,5	1,70	4,72	0,61	13,75
500	10,63	0,55	8,21	1,52	8	4	12	9,86	0,62	10,46	1,07	40	5	45	1,86	5,31	0,56	14,64
600	12,13	0,49	7,56	1,74	8	6	14	11,16	1,50	11,78	0,87	40	7,5	47,5	1,84	6,07	0,58	12,98
700	13,34	0,41	7,29	1,91	6	8	14	13,03	0,63	13,30	0,73	30	10	40	1,95	6,67	0,55	13,30
800	14,13	0,46	7,43	2,03	7	7	14	14,38	0,75	13,98	1,02	35	8,75	43,75	2,04	7,06	0,54	13,89
900	14,93	0,57	7,49	2,14	7	8	15	16,33	1,26	15,87	1,25	35	10	45	2,19	7,46	0,50	15,11
1000	16,06	0,51	7,19	2,30	10	7	17	17,24	1,45	17,74	0,69	50	8,75	58,75	2,15	8,03	0,52	13,87
1100	16,93	0,44	7,12	2,43	10	5	15	17,93	1,46	17,02	0,88	50	6,25	56,25	2,12	8,46	0,54	13,18
1200	17,59	0,44	7,19	2,52	11	6	17	19,39	0,80	20,03	0,72	55	7,5	62,5	2,20	8,80	0,52	13,79
1300	18,60	0,48	6,97	2,67	12	6	18	20,46	0,89	19,99	1,57	60	7,5	67,5	2,20	9,30	0,53	13,16
1400	19,11	0,33	7,11	2,74	15	4	19	20,49	1,00	21,41	1,10	75	5	80	2,14	9,56	0,56	12,63
1500	19,72	0,41	7,15	2,83	15	6	21	22,20	1,20	22,52	1,43	75	7,5	82,5	2,25	9,86	0,53	13,42

Probe 26 Luftseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{FT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,88	0,47	8,95	1,13	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,94	--	--
400	9,83	0,31	7,68	1,41	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,91	--	--
500	11,11	0,63	7,51	1,59	1	0	1	10,18	0,00	0,00	0,00	5	0	5	1,83	5,56	0,55	13,62
600	12,15	0,60	7,54	1,74	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,07	--	--
700	13,83	0,55	6,78	1,98	2	0	2	12,71	0,56	0,00	0,00	10	0	10	1,84	6,92	0,58	11,66
800	14,91	0,44	6,68	2,14	3	3	6	13,97	0,19	14,76	0,45	15	3,75	18,75	1,87	7,45	0,58	11,47
900	15,36	0,43	7,07	2,20	5	2	7	15,31	0,15	14,09	0,61	25	2,5	27,5	1,99	7,68	0,55	12,75

Anhang

1000	17,05	0,51	6,38	2,44	2	6	8	16,79	0,00	15,72	1,06	10	7,5	17,5	1,97	8,53	0,57	11,29
1100	17,51	0,57	6,66	2,51	8	7	15	16,91	0,81	16,10	1,25	40	8,75	48,75	1,93	8,75	0,60	11,05
1200	18,20	0,54	6,72	2,61	6	7	13	18,56	0,95	17,32	1,41	30	8,75	38,75	2,04	9,10	0,57	11,82
1300	18,68	0,68	6,91	2,68	9	8	17	18,53	1,71	18,68	1,13	45	10	55	1,98	9,34	0,61	11,36
1400	19,49	0,49	6,84	2,79	12	12	24	19,62	1,90	19,22	1,10	60	15	75	2,01	9,74	0,60	11,31
1500	20,53	0,70	6,60	2,94	14	8	22	21,10	1,30	21,23	0,77	70	10	80	2,05	10,27	0,59	11,15

Probe 1 Badseite

Anhang

700	13,96	0,27	6,66	2,00	8	6	14	13,24	0,66	13,02	0,58	40	7,5	47,5	1,90	6,98	0,55	12,08
800	14,64	0,43	6,92	2,10	8	9	17	14,60	0,49	14,24	1,02	40	11,25	51,25	1,99	7,32	0,53	12,96
900	15,30	0,50	7,13	2,19	11	9	20	16,00	0,48	15,37	1,65	55	11,25	66,25	2,09	7,65	0,52	13,82
1000	16,20	0,56	7,06	2,32	10	10	20	16,61	0,82	16,05	1,58	50	12,5	62,5	2,05	8,10	0,54	12,98
1100	16,68	0,47	7,34	2,39	15	7	22	18,24	0,72	17,57	1,35	75	8,75	83,75	2,19	8,34	0,51	14,38
1200	17,40	0,47	7,35	2,49	15	4	19	18,70	1,22	18,70	0,86	75	5	80	2,15	8,70	0,54	13,72
1300	18,64	0,59	6,94	2,67	12	10	22	20,15	0,74	18,61	2,01	60	12,5	72,5	2,16	9,32	0,53	12,99
1400	19,08	0,50	7,13	2,74	11	9	20	20,74	0,78	20,39	1,70	55	11,25	66,25	2,17	9,54	0,54	13,12
1500	20,54	0,32	6,59	2,94	13	9	22	22,10	1,89	22,29	1,54	65	11,25	76,25	2,15	10,27	0,55	11,99

Probe 3 Badseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	k _{irr} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,66	0,27	7,42	1,24	1	0	1	7,61	0,00	0,00	0,00	5	0	5,00	1,76	4,33	0,51	14,65
400	9,94	0,56	7,51	1,43	10	5	15	9,09	0,44	9,03	0,42	50	6,25	56,25	1,83	4,97	0,51	14,59
500	11,37	0,45	7,17	1,63	12	3	15	10,65	0,57	10,21	0,44	60	3,75	63,75	1,87	5,68	0,52	13,82
600	12,34	0,47	7,30	1,77	8	8	16	12,03	0,40	12,09	0,55	40	10	50,00	1,95	6,17	0,51	14,19
700	13,51	0,40	7,11	1,94	9	9	18	13,70	0,45	13,81	0,69	45	11,25	56,25	2,03	6,76	0,50	14,20
800	14,59	0,44	6,97	2,09	11	6	17	15,46	0,86	14,78	0,41	55	7,5	62,50	2,12	7,29	0,48	14,48
900	15,09	0,44	7,33	2,16	12	7	19	16,32	0,68	15,63	1,36	60	8,75	68,75	2,16	7,55	0,49	15,03
1000	16,81	0,38	6,56	2,41	9	11	20	17,19	0,42	15,53	1,94	45	13,75	58,75	2,04	8,41	0,53	12,39
1100	17,77	0,50	6,46	2,55	13	9	22	18,36	1,20	17,65	1,62	65	11,25	76,25	2,07	8,89	0,53	12,14
1200	18,65	0,48	6,40	2,67	10	10	20	19,92	0,50	19,92	0,51	50	12,5	62,50	2,14	9,32	0,52	12,41
1300	18,77	0,41	6,84	2,69	16	5	21	20,25	1,04	18,22	2,47	80	6,25	86,25	2,16	9,38	0,53	12,98
1400	19,76	0,68	6,65	2,83	14	8	22	21,45	0,76	20,51	2,86	70	10	80,00	2,17	9,88	0,53	12,59
1500	20,27	0,59	6,77	2,91	13	6	19	23,39	1,30	21,38	1,59	65	7,5	72,50	2,31	10,13	0,49	13,75

Probe 4 Badseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm-1/2]
300	8,62	0,22	7,49	1,24	3	1	4	6,77	0,48	6,97	0,00	15	1,25	16,25	1,57	4,31	0,61	12,20
400	10,00	0,37	7,42	1,43	8	3	11	9,02	0,49	8,76	0,10	40	3,75	43,75	1,80	5,00	0,53	13,88
500	11,46	0,29	7,06	1,64	8	5	13	10,71	0,53	10,34	0,84	40	6,25	46,25	1,87	5,73	0,53	13,32
600	12,75	0,34	6,84	1,83	10	7	17	13,03	0,79	12,58	0,51	50	8,75	58,75	2,04	6,38	0,48	14,23
700	13,82	0,37	6,79	1,98	9	5	14	14,71	0,62	14,03	0,90	45	6,25	51,25	2,13	6,91	0,47	14,47
800	14,84	0,50	6,74	2,13	8	12	20	15,41	0,69	15,27	1,16	40	15	55	2,08	7,42	0,50	13,41
900	15,85	0,37	6,64	2,27	10	10	20	16,55	0,72	15,73	1,12	50	12,5	62,5	2,09	7,93	0,51	12,97
1000	16,46	0,38	6,85	2,36	10	8	18	17,54	0,61	17,28	1,12	50	10	60	2,13	8,23	0,51	13,33
1100	17,38	0,31	6,75	2,49	12	8	20	18,28	1,67	18,02	1,07	60	10	70	2,10	8,69	0,53	12,63
1200	18,27	0,67	6,66	2,62	11	10	21	19,61	0,62	13,22	1,19	55	12,5	67,5	2,15	9,14	0,53	12,62
1300	19,21	0,33	6,53	2,75	10	8	18	20,48	0,54	19,96	0,89	50	10	60	2,13	9,61	0,54	12,06
1400	19,78	0,28	6,64	2,84	11	8	19	20,83	1,07	21,05	1,10	55	10	65	2,11	9,89	0,56	11,77
1500	20,65	0,43	6,52	2,96	13	10	23	22,50	1,82	22,07	1,13	65	12,5	77,5	2,18	10,33	0,54	12,01

Probe 5 Badseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm-1/2]
300	8,42	0,35	7,85	1,21	1	1	2	6,83	0,00	7,69	0,00	5	1,25	6,25	1,62	4,21	0,58	13,42
400	10,12	0,47	7,25	1,45	6	3	9	9,09	0,09	9,43	0,70	30	3,75	33,75	1,80	5,06	0,53	13,70
500	11,60	0,45	6,89	1,66	3	4	7	10,94	0,31	10,39	0,50	15	5	20	1,89	5,80	0,51	13,43
600	12,32	0,46	7,33	1,77	10	7	17	12,18	0,75	11,73	0,56	50	8,75	58,75	1,98	6,16	0,51	14,42

Anhang

700	13,65	0,27	6,97	1,96	7	11	18	13,87	0,95	13,35	1,08	35	13,75	48,75	2,03	6,82	0,50	13,92
800	14,86	0,46	6,72	2,13	6	6	12	15,05	0,83	15,07	0,68	30	7,5	37,5	2,03	7,43	0,52	13,04
900	15,64	0,35	6,82	2,24	10	13	23	16,40	1,04	16,10	1,54	50	16,25	66,25	2,10	7,82	0,51	13,48
1000	16,64	0,58	6,70	2,39	13	9	22	17,61	0,44	16,96	0,93	65	11,25	76,25	2,12	8,32	0,51	13,13
1100	17,23	0,45	6,88	2,47	13	13	26	18,54	0,96	17,11	1,57	65	16,25	81,25	2,15	8,61	0,51	13,41
1200	17,83	0,67	7,00	2,56	11	12	23	19,69	0,70	18,77	2,58	55	15	70	2,21	8,91	0,51	13,83
1300	18,79	0,31	6,83	2,69	13	9	22	19,87	1,58	20,39	1,09	65	11,25	76,25	2,11	9,39	0,55	12,46
1400	19,63	0,46	6,74	2,81	12	10	22	20,62	1,61	20,62	1,84	60	12,5	72,5	2,10	9,81	0,56	12,00
1500	20,68	0,41	6,51	2,96	15	6	21	23,33	1,84	23,54	1,31	75	7,5	82,5	2,26	10,34	0,51	12,77

Probe 6 Badseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	k _{IT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,77	0,16	7,23	1,26	5	1	6	8,72	0,34	8,77	0,00	25	1,25	26,25	1,99	4,39	0,42	17,26
400	10,37	0,24	6,90	1,49	9	5	14	10,57	0,39	9,87	0,59	45	6,25	51,25	2,04	5,18	0,43	16,10
500	11,47	0,18	7,05	1,64	11	7	18	12,10	0,36	11,55	0,89	55	8,75	63,75	2,11	5,73	0,43	16,31
600	12,64	0,20	6,97	1,81	12	6	18	13,45	0,63	12,82	0,57	60	7,5	67,5	2,13	6,32	0,45	15,65
700	13,92	0,43	6,70	2,00	12	10	22	14,51	0,94	13,83	1,38	60	12,5	72,5	2,09	6,96	0,47	14,18
800	15,00	0,56	6,60	2,15	13	6	19	15,64	0,56	15,50	0,67	65	7,5	72,5	2,09	7,50	0,49	13,56
900	16,23	0,54	6,34	2,33	9	9	18	16,63	0,50	16,84	0,87	45	11,25	56,25	2,05	8,11	0,51	12,45
1000	16,83	0,34	6,54	2,41	14	6	20	18,03	0,78	17,53	0,96	70	7,5	77,5	2,14	8,42	0,49	13,27
1100	17,73	0,39	6,49	2,54	13	7	20	19,13	0,64	18,31	1,35	65	8,75	73,75	2,16	8,86	0,50	13,02
1200	18,67	0,46	6,39	2,68	12	8	20	19,93	0,43	19,38	1,35	60	10	70	2,14	9,33	0,52	12,39
1300	19,10	0,42	6,61	2,74	13	9	22	20,32	1,01	19,84	1,17	65	11,25	76,25	2,13	9,55	0,53	12,38
1400	19,60	0,54	6,76	2,81	16	6	22	21,29	1,64	21,12	0,81	80	7,5	87,5	2,17	9,80	0,53	12,76
1500	21,26	0,46	6,15	3,05	13	7	20	23,38	0,81	23,02	1,38	65	8,75	73,75	2,20	10,63	0,52	11,91

Probe 7 Badseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,71	0,27	7,33	1,25	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,36	--	--
400	10,19	0,21	7,14	1,46	11	0	11	8,56	0,72	0,00	0,00	55	0	55	1,68	5,10	0,58	12,22
500	11,27	0,31	7,31	1,62	12	4	16	9,98	0,69	10,15	0,32	60	5	65	1,77	5,63	0,57	12,73
600	12,26	0,33	7,40	1,76	13	1	14	10,81	0,63	11,94	0,00	65	1,25	66,25	1,76	6,13	0,61	12,20
700	13,47	0,23	7,15	1,93	10	4	14	12,11	0,69	12,70	0,95	50	5	55	1,80	6,74	0,61	11,78
800	14,39	0,41	7,17	2,06	15	3	18	12,92	0,73	12,60	0,31	75	3,75	78,75	1,80	7,19	0,63	11,38
900	15,75	0,43	6,73	2,26	13	6	19	14,45	0,68	14,40	0,25	65	7,5	72,5	1,84	7,88	0,62	10,89
1000	16,38	0,36	6,91	2,35	13	7	20	16,39	0,57	15,35	0,53	65	8,75	73,75	2,00	8,19	0,56	12,34
1100	17,18	0,45	6,91	2,46	14	8	22	17,50	0,99	17,35	0,98	70	10	80	2,04	8,59	0,56	12,37
1200	18,18	0,46	6,73	2,61	12	6	18	18,52	0,61	18,21	0,77	60	7,5	67,5	2,04	9,09	0,57	11,87
1300	18,68	0,49	6,91	2,68	12	10	22	19,24	1,26	18,09	1,28	60	12,5	72,5	2,06	9,34	0,57	12,05
1400	19,44	0,55	6,87	2,79	13	8	21	20,20	1,11	19,44	1,34	65	10	75	2,08	9,72	0,58	11,94
1500	20,32	0,46	6,74	2,91	15	9	24	21,88	1,47	21,73	2,29	75	11,25	86,25	2,15	10,16	0,55	12,20

Probe 8 Badseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,64	0,30	7,46	1,24	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,32	--	--
400	9,96	0,36	7,48	1,43	3	3	6	9,46	0,89	8,95	0,04	15	3,75	18,75	1,90	4,98	0,49	15,24
500	11,56	0,43	6,94	1,66	4	3	7	10,12	0,45	11,22	0,26	20	3,75	23,75	1,75	5,78	0,58	12,05
600	12,59	0,33	7,02	1,81	5	2	7	11,28	0,97	11,56	0,29	25	2,5	27,5	1,79	6,30	0,58	12,03

Anhang

700	14,06	0,35	6,57	2,02	6	11	17	12,44	0,53	12,72	0,89	30	13,75	43,75	1,77	7,03	0,61	10,81
800	15,07	0,36	6,53	2,16	7	5	12	14,00	0,33	14,03	0,55	35	6,25	41,25	1,86	7,54	0,58	11,20
900	16,19	0,40	6,37	2,32	8	12	20	15,47	0,62	14,90	0,80	40	15	55	1,91	8,09	0,57	11,14
1000	16,57	0,37	6,75	2,38	10	9	19	16,42	0,81	15,98	0,69	50	11,25	61,25	1,98	8,29	0,56	11,97
1100	17,63	0,41	6,56	2,53	11	8	19	18,06	0,71	18,17	1,08	55	10	65	2,05	8,81	0,55	12,02
1200	18,61	0,39	6,43	2,67	10	8	18	19,32	0,52	18,24	1,10	50	10	60	2,08	9,30	0,54	11,82
1300	19,13	0,15	6,59	2,74	10	11	21	19,96	1,26	19,47	1,62	50	13,75	63,75	2,09	9,57	0,55	11,88
1400	19,72	0,28	6,68	2,83	10	12	22	21,10	0,69	20,52	1,45	50	15	65	2,14	9,86	0,55	12,24
1500	20,99	0,41	6,32	3,01	6	8	14	23,66	1,08	21,51	1,58	30	10	40	2,25	10,49	0,51	12,48

Probe 9 Badseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	k _{IT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,69	0,27	7,37	1,25	1	1	2	6,64	0,00	5,82	0,00	5	1,25	6,25	1,53	4,34	0,62	11,80
400	10,08	0,28	7,31	1,44	8	4	12	7,93	0,41	7,38	0,51	40	5	45	1,57	5,04	0,64	11,41
500	11,50	0,28	7,01	1,65	11	4	15	9,44	0,58	9,04	0,41	55	5	60	1,64	5,75	0,63	11,14
600	12,83	0,34	6,76	1,84	8	8	16	11,61	0,52	10,97	0,38	40	10	50	1,81	6,41	0,56	12,00
700	14,20	0,32	6,44	2,04	10	7	17	12,57	0,76	12,11	0,53	50	8,75	58,75	1,77	7,10	0,60	10,77
800	15,25	0,29	6,38	2,19	9	13	22	13,90	0,46	12,88	1,09	45	16,25	61,25	1,82	7,62	0,59	10,81
900	15,85	0,31	6,64	2,27	16	3	19	15,05	0,49	14,24	0,85	80	3,75	83,75	1,90	7,93	0,58	11,50
1000	16,75	0,32	6,61	2,40	13	10	23	16,18	0,64	14,99	0,89	65	12,5	77,5	1,93	8,38	0,58	11,46
1100	17,55	0,36	6,62	2,52	16	4	20	17,55	0,89	17,15	0,65	80	5	85	2,00	8,78	0,56	11,80
1200	18,77	0,48	6,32	2,69	12	7	19	18,15	0,42	17,81	1,11	60	8,75	68,75	1,93	9,38	0,60	10,60
1300	19,23	0,48	6,52	2,76	15	5	20	18,78	0,63	18,85	0,96	75	6,25	81,25	1,95	9,62	0,60	10,79
1400	19,88	0,55	6,57	2,85	10	5	15	19,56	0,58	20,53	1,10	50	6,25	56,25	1,97	9,94	0,61	10,78
1500	20,89	0,53	6,37	2,99	10	9	19	20,85	0,33	19,02	1,95	50	11,25	61,25	2,00	10,44	0,60	10,58

Probe 10 Badseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,13	8,41	1,17	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,07	--	--
400	9,78	7,76	1,40	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,89	--	--
500	11,36	7,19	1,63	4	1	5	10,11	0,31	10,42	0,00	20	1,25	21,25	1,78	5,68	0,56	12,84
600	12,18	7,50	1,75	5	3	8	10,52	0,41	11,73	0,93	25	3,75	28,75	1,73	6,09	0,62	12,11
700	13,38	7,25	1,92	7	4	11	11,70	1,00	12,13	0,58	35	5	40	1,75	6,69	0,63	11,56
800	14,71	6,86	2,11	8	2	10	12,88	0,61	12,57	0,32	40	2,5	42,5	1,75	7,35	0,64	10,75
900	15,12	7,30	2,17	7	6	13	14,39	0,91	14,86	1,11	35	7,5	42,5	1,90	7,56	0,59	12,40
1000	16,49	6,82	2,36	8	6	14	14,40	1,31	16,13	1,02	40	7,5	47,5	1,75	8,24	0,68	10,08
1100	16,88	7,16	2,42	9	4	13	16,39	1,91	14,75	1,54	45	5	50	1,94	8,44	0,60	11,97
1200	16,52	8,15	2,37	10	7	17	15,00	1,22	14,62	1,18	50	8,75	58,75	1,82	8,26	0,70	11,67
1300	17,55	7,83	2,52	13	7	20	17,97	0,89	17,90	1,10	65	8,75	73,75	2,05	8,78	0,59	13,29
1400	19,72	6,67	2,83	14	8	22	19,53	1,20	18,85	1,92	70	10	80	1,98	9,86	0,61	11,01
1500	20,70	6,49	2,97	15	6	21	20,77	1,65	19,32	1,91	75	7,5	82,5	2,01	10,35	0,60	10,82

Probe 11 Badseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,09	8,50	1,16	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,05	--	--
400	9,77	7,77	1,40	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,89	--	--
500	11,45	7,07	1,64	1	0	1	9,18	0,00	0,00	0,00	5	0	5	1,60	5,73	0,65	10,82
600	12,39	7,25	1,78	2	0	2	11,64	0,86	0,00	0,00	10	0	10	1,88	6,19	0,54	13,39
700	13,68	6,93	1,96	2	0	2	12,71	0,97	0,00	0,00	10	0	10	1,86	6,84	0,57	12,24
800	15,07	6,54	2,16	5	0	5	13,13	1,28	0,00	0,00	25	0	25	1,74	7,53	0,64	10,29

Anhang

900	15,81	0,42	6,68	2,27	4	1	5	12,75	0,79	15,75	0,00	20	1,25	21,25	1,61	7,90	0,74	9,05
1000	16,86	0,39	6,52	2,42	7	4	11	15,01	0,81	15,12	1,48	35	5	40	1,78	8,43	0,65	10,03
1100	17,62	0,45	6,57	2,53	11	5	16	16,22	1,31	14,72	1,13	55	6,25	61,25	1,84	8,81	0,63	10,35
1200	18,58	0,50	6,45	2,66	15	3	18	16,27	0,88	16,25	2,38	75	3,75	78,75	1,75	9,29	0,70	9,27
1300	18,77	0,41	6,84	2,69	14	6	20	17,65	1,17	17,77	1,61	70	7,5	77,5	1,88	9,39	0,65	10,57
1400	19,56	0,63	6,78	2,80	14	7	21	18,83	1,44	16,90	1,70	70	8,75	78,75	1,92	9,78	0,64	10,68
1500	20,71	0,53	6,49	2,97	15	4	19	19,29	1,26	17,92	1,24	75	5	80	1,86	10,35	0,67	9,67

Probe 12 Badseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,91	0,32	7,01	1,28	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,45	--	--
400	10,28	0,42	7,02	1,47	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,14	--	--
500	11,37	0,50	7,18	1,63	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,68	--	--
600	12,97	0,38	6,62	1,86	1	0	1	10,74	0,00	0,00	0,00	5	0	5	1,66	6,48	0,64	10,27
700	13,90	0,24	6,72	1,99	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,95	--	--
800	15,25	0,39	6,38	2,19	1	0	1	12,31	0,00	0,00	0,00	5	0	5	1,61	7,63	0,71	8,95
900	16,23	0,31	6,34	2,33	3	0	3	12,96	0,87	0,00	0,00	15	0	15	1,60	8,11	0,74	8,52
1000	17,22	0,39	6,25	2,47	4	0	4	14,84	0,69	0,00	0,00	20	0	20	1,72	8,61	0,68	9,20
1100	18,02	0,48	6,28	2,58	4	2	6	17,59	0,50	18,09	0,42	20	2,5	22,5	1,95	9,01	0,58	10,87
1200	18,98	0,39	6,18	2,72	4	3	7	16,63	1,59	17,67	1,36	20	3,75	23,75	1,75	9,49	0,69	8,93
1300	20,06	0,42	5,99	2,88	6	3	9	18,48	1,09	18,81	0,73	30	3,75	33,75	1,84	10,03	0,65	9,23
1400	20,53	0,51	6,16	2,94	7	6	13	18,50	1,99	18,79	1,37	35	7,5	42,5	1,80	10,26	0,69	8,95
1500	21,52	0,49	6,01	3,08	4	4	8	20,43	0,89	19,99	1,39	20	5	25	1,90	10,76	0,64	9,33

Probe 13 Badseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Härte H _v [GPa]	Fehler	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risse SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,58	7,56	0,26	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,29	--	--
400	10,20	7,14	0,28	2	1	3	9,61	0,94	10,56	0,00	10	1,25	11,25	1,88	5,10	0,49	14,42
500	11,65	6,83	0,34	9	3	12	10,45	0,90	9,01	0,63	45	3,75	48,75	1,79	5,82	0,56	12,28
600	12,70	6,90	0,52	11	3	14	11,27	0,90	10,75	0,25	55	3,75	58,75	1,77	6,35	0,59	11,61
700	14,07	6,56	0,49	8	2	10	12,47	1,01	11,79	0,07	40	2,5	42,5	1,77	7,03	0,61	10,75
800	14,91	6,67	0,35	10	7	17	14,93	0,95	13,99	0,80	50	8,75	58,75	2,00	7,46	0,53	12,63
900	15,88	6,62	0,57	10	7	17	15,19	1,87	14,31	0,73	50	8,75	58,75	1,91	7,94	0,58	11,39
1000	16,56	6,76	0,43	13	6	19	15,90	1,06	15,64	1,39	65	7,5	72,5	1,92	8,28	0,60	11,32
1100	17,48	6,68	0,49	10	9	19	16,81	1,27	16,48	1,37	50	11,25	61,25	1,92	8,74	0,61	10,99
1200	18,36	6,60	0,55	13	4	17	17,92	1,57	16,86	2,06	65	5	70	1,95	9,18	0,61	10,90
1300	18,67	6,91	0,50	13	6	19	18,10	1,33	18,22	1,20	65	7,5	72,5	1,94	9,34	0,63	10,95
1400	19,71	6,68	0,37	14	5	19	19,35	1,35	18,70	2,26	70	6,25	76,25	1,96	9,86	0,63	10,68
1500	20,52	6,60	0,64	15	7	22	20,38	1,75	20,29	1,73	75	8,75	83,75	1,99	10,26	0,62	10,58

Probe 16 Badseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Härte H _v [GPa]	Fehler	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risse SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,59	7,53	0,39	3		3	7,75	0,09	0,00	0,00	15	0	15	1,80	4,30	0,50	15,15
400	9,98	7,44	0,42	8	4	12	9,69	0,83	9,37	0,84	40	5	45	1,94	4,99	0,48	15,61
500	11,44	7,08	0,47	9	4	13	10,35	0,95	9,87	1,16	45	5	50	1,81	5,72	0,55	12,80
600	12,96	6,62	0,40	9	3	12	11,42	0,65	10,68	0,66	45	3,75	48,75	1,76	6,48	0,59	11,18
700	13,80	6,81	0,41	7	7	14	13,92	0,49	13,49	0,62	35	8,75	43,75	2,02	6,90	0,51	13,45
800	15,23	6,40	0,37	10	5	15	14,72	1,09	13,65	1,14	50	6,25	56,25	1,93	7,61	0,55	11,65

Anhang

900	15,60	0,44	6,86	2,24	13	7	20	15,74	0,98	15,28	1,53	65	8,75	73,75	2,02	7,80	0,54	12,71
1000	16,79	0,33	6,58	2,41	15	4	19	16,65	1,32	16,53	0,89	75	5	80	1,98	8,40	0,56	11,68
1100	17,61	0,47	6,58	2,52	13	7	20	17,54	1,05	17,12	1,18	65	8,75	73,75	1,99	8,80	0,57	11,49
1200	17,98	0,83	6,88	2,58	12	10	22	17,86	1,02	18,16	1,10	60	12,5	72,5	1,99	8,99	0,59	11,58
1300	19,06	0,25	6,64	2,73	15	8	23	19,00	1,51	18,59	1,52	75	10	85	1,99	9,53	0,60	11,12
1400	19,37	0,45	6,92	2,78	15	6	21	19,10	1,64	18,58	1,45	75	7,5	82,5	1,97	9,68	0,62	11,07
1500	20,71	0,40	6,48	2,97	17	6	23	21,07	2,38	21,23	1,27	85	7,5	92,5	2,03	10,36	0,60	10,86

Probe 21 Badseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risse SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,30	0,64	8,09	1,19	3	0	3	7,95	0,18	0,00	0,00	15	0	15	1,92	4,15	0,46	17,76
400	9,58	0,61	8,09	1,37	10	3	13	10,25	0,62	10,01	0,26	50	3,75	53,75	2,14	4,79	0,41	19,50
500	10,79	0,44	7,96	1,55	12	3	15	11,53	1,17	12,21	1,32	60	3,75	63,75	2,14	5,40	0,44	18,17
600	12,50	0,50	7,12	1,79	14	4	18	13,48	0,80	14,03	0,42	70	5	75	2,16	6,25	0,44	16,19
700	13,19	0,39	7,46	1,89	14	2	16	15,63	0,83	14,58	0,01	70	2,5	72,5	2,37	6,60	0,40	18,59
800	14,16	0,55	7,39	2,03	15	3	18	16,21	1,06	15,40	1,01	75	3,75	78,75	2,29	7,08	0,44	16,96
900	15,08	0,45	7,34	2,16	14	4	18	17,17	1,26	17,29	0,70	70	5	75	2,28	7,54	0,45	16,25
1000	15,81	0,65	7,42	2,27	16	6	22	18,74	1,37	19,61	1,03	80	7,5	87,5	2,37	7,91	0,44	16,94
1100	16,60	0,56	7,41	2,38	14	6	20	19,21	1,03	19,42	0,91	70	7,5	77,5	2,32	8,30	0,46	15,95
1200	17,51	0,61	7,26	2,51	15	4	19	20,76	1,26	20,37	2,25	75	5	80	2,37	8,75	0,46	15,93
1300	18,44	0,54	7,09	2,64	11	5	16	21,60	0,60	20,89	0,75	55	6,25	61,25	2,34	9,22	0,47	15,06
1400	18,44	0,37	7,64	2,64	12	8	20	22,49	1,13	21,76	1,27	60	10	70	2,44	9,22	0,46	16,61
1500	19,65	0,64	7,20	2,82	16	8	24	23,72	1,96	23,89	1,26	80	10	90	2,41	9,83	0,47	15,39

Probe 22 Badseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,17	8,33	1,17	1	0	1	7,85	0,00	0,00	0,00	5	0	5	1,92	4,09	0,47	17,69
400	9,39	8,41	1,35	5	1	6	9,30	0,38	9,05	0,00	25	1,25	26,25	1,98	4,69	0,48	17,39
500	10,69	8,12	1,53	6	3	9	11,77	1,05	10,09	1,33	30	3,75	33,75	2,20	5,34	0,43	18,78
600	11,85	7,93	1,70	6	4	10	11,96	0,98	11,64	0,91	30	5	35	2,02	5,92	0,51	15,47
700	13,45	7,18	1,93	8	8	16	14,49	0,75	13,27	0,68	40	10	50	2,16	6,72	0,47	15,24
800	14,15	7,41	2,03	7	6	13	15,14	1,55	15,24	0,89	35	7,5	42,5	2,14	7,08	0,50	14,93
900	15,40	7,04	2,21	7	7	14	16,43	1,01	16,45	0,76	35	8,75	43,75	2,13	7,70	0,51	13,88
1000	16,27	7,01	2,33	9	9	18	17,66	1,11	17,04	1,71	45	11,25	56,25	2,17	8,13	0,51	13,84
1100	16,69	7,32	2,39	9	5	14	19,44	0,81	18,30	0,67	45	6,25	51,25	2,33	8,34	0,47	15,53
1200	17,67	7,13	2,53	9	12	21	19,51	1,29	18,80	2,02	45	15	60	2,21	8,83	0,52	13,74
1300	18,37	7,14	2,63	14	7	21	21,00	1,19	20,45	2,85	70	8,75	78,75	2,29	9,19	0,50	14,20
1400	18,86	7,30	2,70	13	8	21	21,03	1,26	20,92	1,06	65	10	75	2,23	9,43	0,53	13,66
1500	19,53	7,29	2,80	11	10	21	22,57	1,33	23,61	2,14	55	12,5	67,5	2,31	9,76	0,52	14,16

Probe 26 Badseite

Kraft [mN]	Durchmesser [µm]	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	Gesamt PCI %	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,34	8,00	1,20	2	0	2	7,23	0,20	0,00	0,00	10	0	10	1,73	4,17	0,54	14,93
400	10,03	7,37	1,44	6	1	7	9,12	0,54	9,64	0,00	30	1,25	31,25	1,82	5,02	0,53	14,04
500	11,46	7,07	1,64	13	0	13	10,61	0,71	0,00	0,00	65	0	65	1,85	5,73	0,53	13,23
600	12,39	7,24	1,78	11	6	17	12,69	0,83	12,39	0,85	55	7,5	62,5	2,05	6,20	0,48	14,96
700	13,34	7,29	1,91	6	4	10	13,54	0,78	13,20	0,57	30	5	35	2,03	6,67	0,51	14,28
800	14,58	6,98	2,09	13	3	16	14,81	1,01	15,42	0,19	65	3,75	68,75	2,03	7,29	0,52	13,39

Anhang

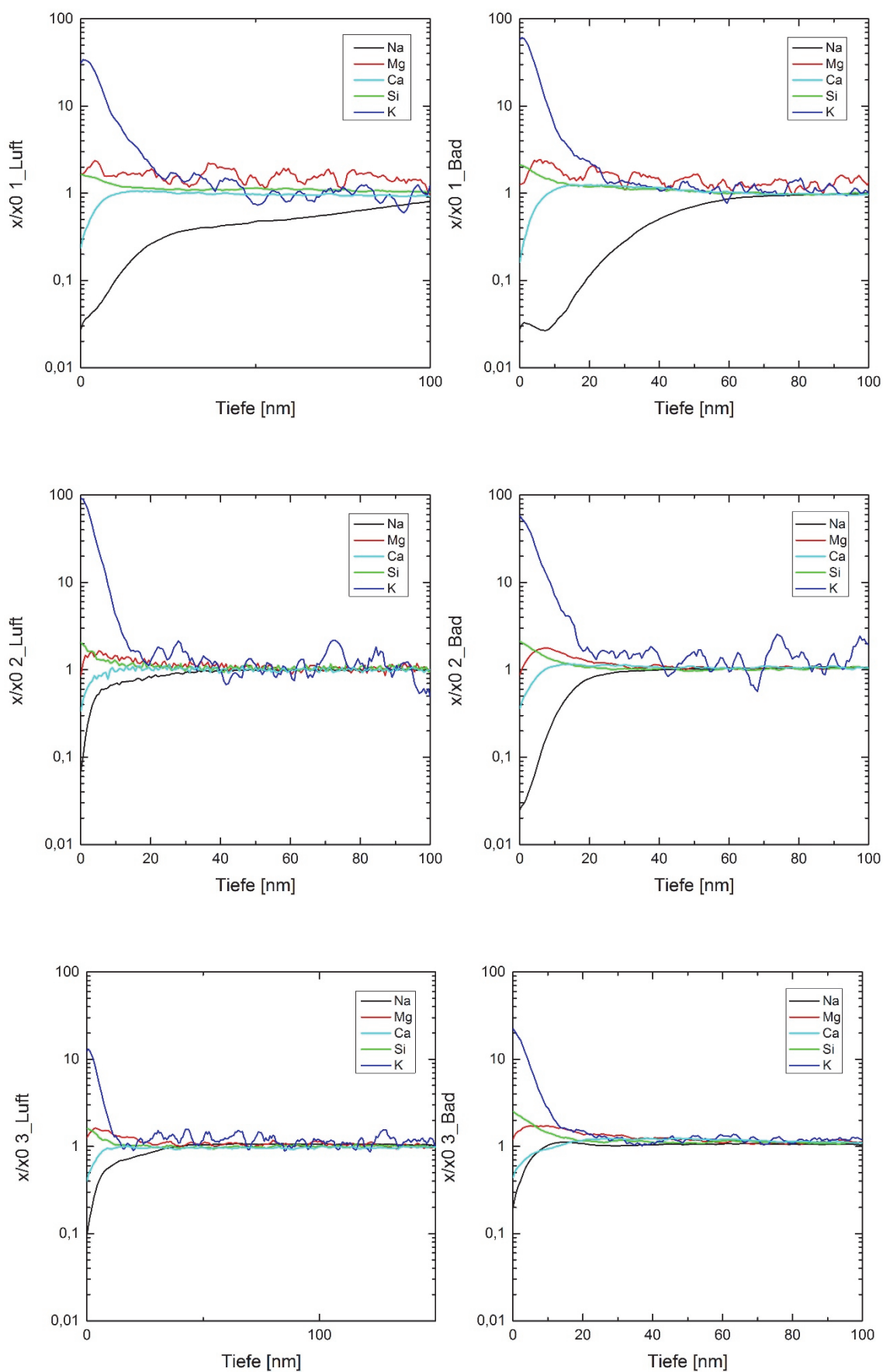
900	15,36	0,64	7,07	2,20	14	6	20	15,73	0,78	15,66	1,66	70	7,5	77,5	2,05	7,68	0,53	13,28
1000	16,46	0,35	6,84	2,36	14	7	21	17,13	0,77	16,53	0,54	70	8,75	78,75	2,08	8,23	0,53	12,93
1100	17,18	0,48	6,91	2,46	16	3	19	18,29	0,94	17,29	1,11	80	3,75	83,75	2,13	8,59	0,53	13,16
1200	17,67	0,64	7,13	2,53	14	7	21	18,77	0,73	19,02	0,95	70	8,75	78,75	2,13	8,83	0,54	13,15
1300	18,51	0,41	7,03	2,65	16	6	22	20,04	0,84	18,77	1,28	80	7,5	87,5	2,17	9,26	0,54	13,12
1400	19,39	0,72	6,91	2,78	18	6	24	20,88	1,31	20,31	1,23	90	7,5	97,5	2,15	9,69	0,55	12,60
1500	20,14	0,41	6,86	2,89	15	10	25	21,50	1,64	21,02	1,56	75	12,5	87,5	2,14	10,07	0,56	12,16

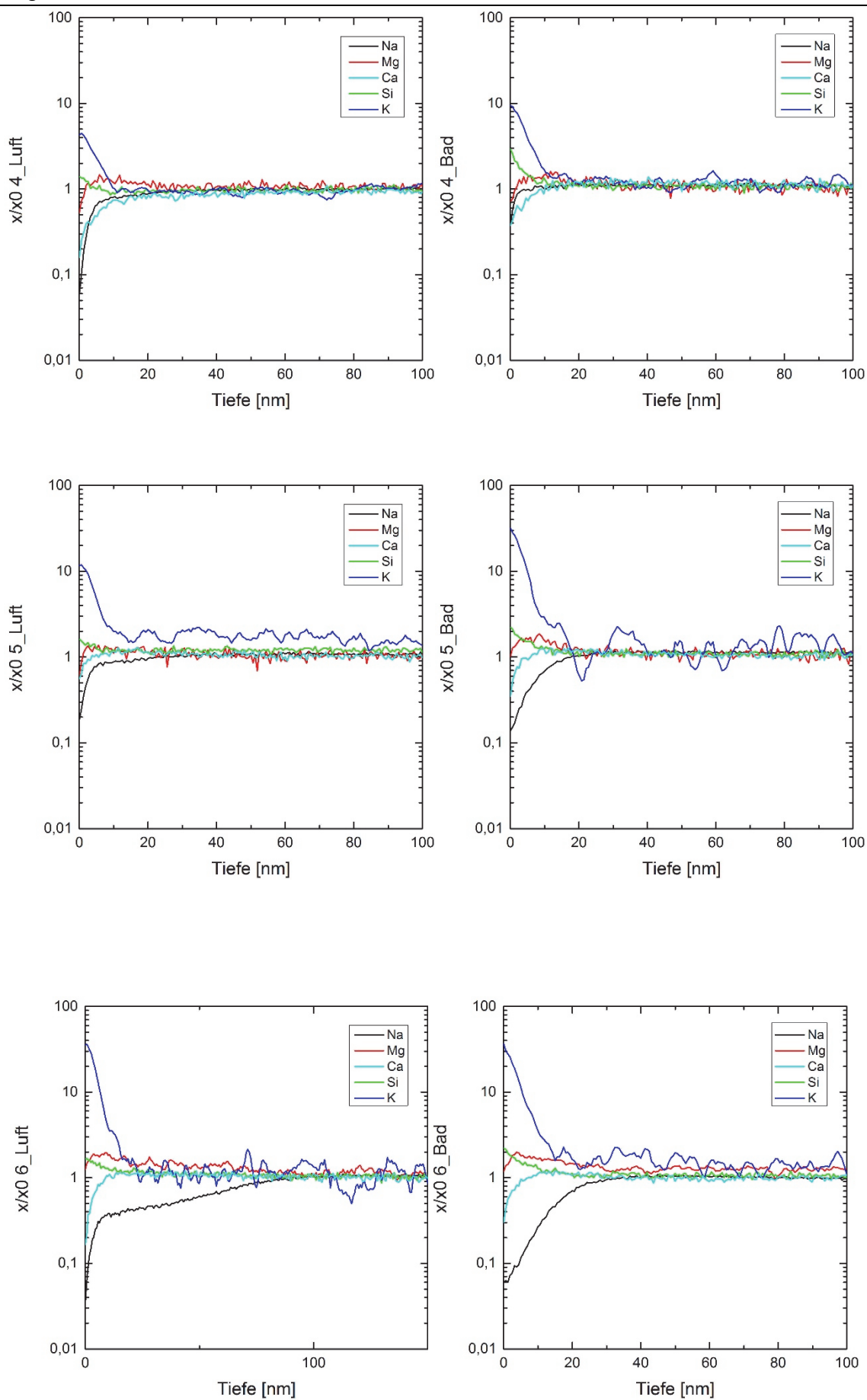
A.8 Tabelle 17: optische Eigenschaften der Ausgangsgläser FG1-FG26 (UV/Vis-Spektroskopie)

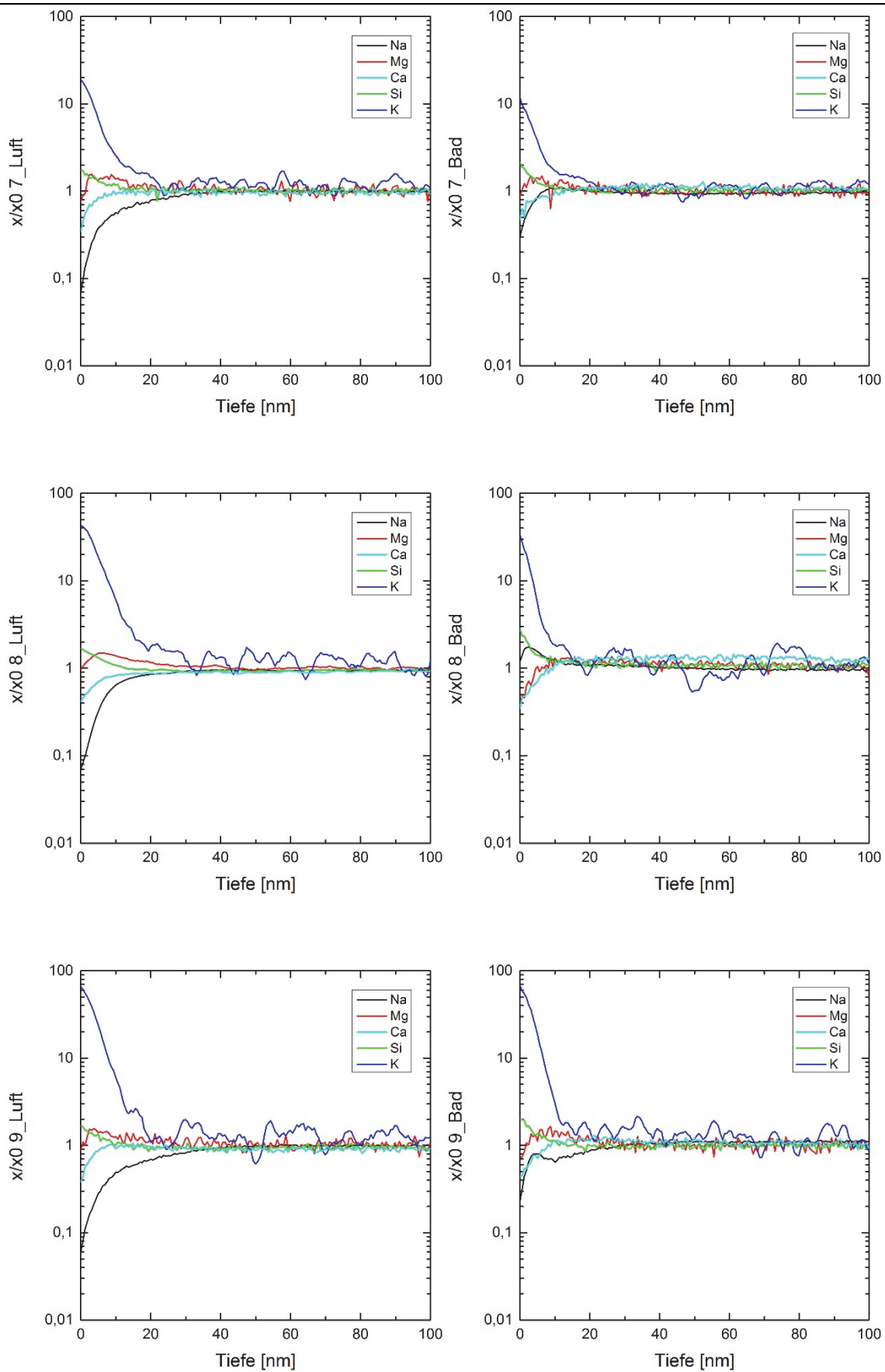
ProbenNr.	Solar Transmission (Ts)		Visible Transmission (Tv)		UV Transmission (Tuv)		Solar Reflectance (Rs)		Vis Reflectance (Rv)		UV Reflectance (Ruv)	
	%		%		%		%		%		%	
FG1	89,27		91,64		55,40		9,52		8,57		8,19	
FG2	90,89		91,57		84,89		9,82		8,70		8,99	
FG3	89,58		91,51		55,76		9,93		8,80		8,74	
FG4	87,08		90,75		66,69		9,49		8,74		7,78	
FG5	90,84		91,62		84,93		9,81		8,70		8,98	
FG6	90,52		91,32		84,19		9,67		8,72		9,08	
FG7	90,26		91,12		83,49		10,06		9,07		9,20	
FG8	89,29		90,53		81,97		10,03		9,40		9,69	
FG9	89,70		91,45		66,02		9,35		8,71		8,97	
FG10	90,57		91,43		85,04		9,83		8,70		9,00	
FG11	90,77		91,59		83,68		9,84		8,69		8,84	
FG12	85,96		90,28		63,45		9,34		8,63		7,63	
FG13	86,72		90,67		68,43		9,49		8,79		8,14	
FG16	90,80		91,59		86,86		9,63		8,60		11,45	
FG21	86,31		89,95		75,14		8,95		8,85		10,48	
FG22	90,85		91,32		87,52		9,13		8,71		11,04	
FG26	90,36		91,11		82,87		9,70		9,15		11,67	

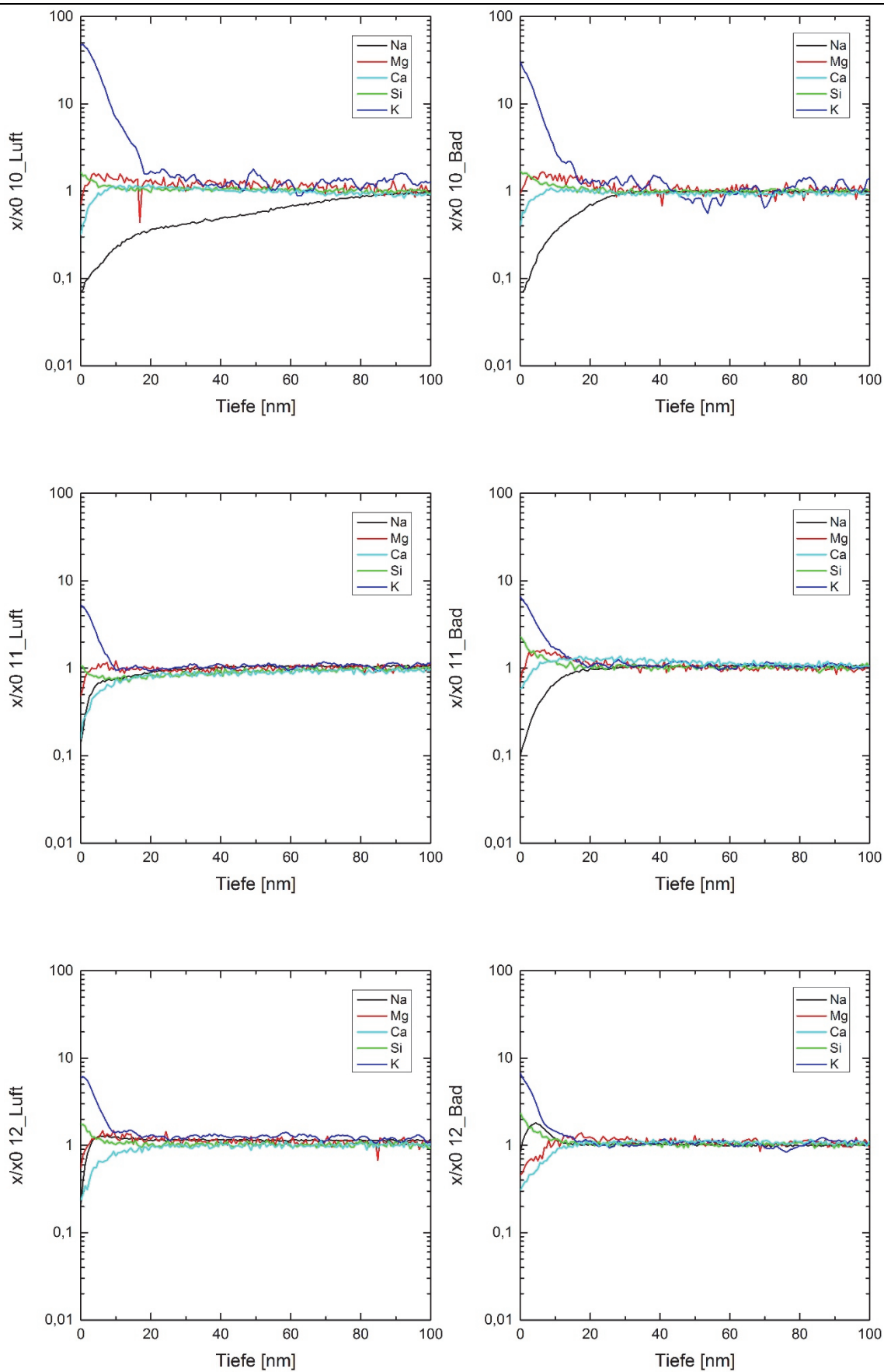
A.9 Tabelle 18: chemische Auslaugung der Ausgangsgläser FG1 - FG26 (SNMS)

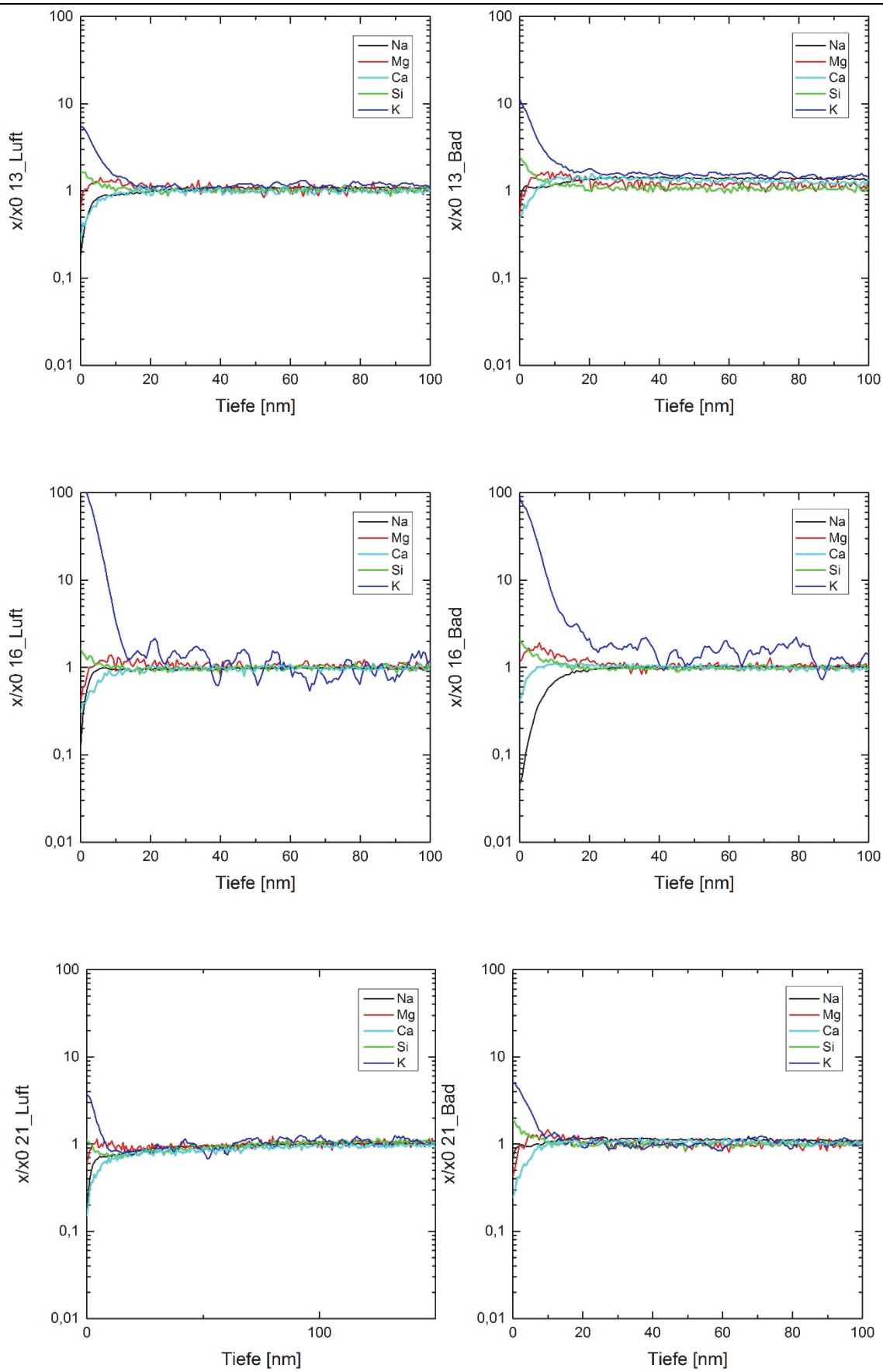
ProbenNr.	Na-Laugungstiefe		Mg-Anreicherungstiefe		Ca-Laugungstiefe		K-Anreicherungstiefe		Si-Anreicherungstiefe	
	Luftseite	Badseite	Luftseite	Badseite	Luftseite	Badseite	Luftseite	Badseite	Luftseite	Badseite
	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm
FG1	142,4	120,0	31,1	30,0	17,5	18,0	38,5	40,0	25,0	32,4
FG2	46,8	40,0	26,0	35,6	17,5	21,3	33,0	42,5	26,0	27,5
FG3	40,0	10,2	41,3	35,5	23,8	24,0	20,0	27,5	31,8	26,1
FG4	45,5	7,2	26,0	21,5	31,2	18,2	11,0	20,2	10,4	16,3
FG5	22,5	18,2	25,6	22,1	25,0	22,8	14,4	20,8	21,3	20,2
FG6	90,5	34,9	38,0	32,5	18,0	32,5	24,3	22,0	26,2	26,2
FG7	39,3	7,5	30,0	18,7	31,8	16,9	23,5	23,5	21,8	12,5
FG8	34,3	2,5	43,0	11,3	29,3	18,7	30,0	13,5	15,6	18,7
FG9	49,9	29,3	26,0	23,0	11,0	12,0	18,0	16,2	22,0	18,7
FG10	106,7	34,3	16,5	27,5	10,0	12,5	19,0	16,3	12,0	16,0
FG11	26,8	26,2	12,5	16,0	15,0	10,0	12,0	18,0	13,0	15,5
FG12	5,6	4,4	18,0	15,5	22,5	15,6	13,0	16,2	10,0	14,0
FG13	21,2	1,2	18,0	20,0	14,4	8,7	16,0	17,5	14,0	15,0
FG16	24,3	26,2	15,0	23,0	13,0	8,8	14,0	20,0	13,0	15,0
FG21	59,3	7,5	18,0	18,0	26,2	12,5	13,5	13,0	25,0	11,0
FG22	23,1	15,0	13,0	18,0	12,5	12,5	13,0	13,0	12,5	12,5
FG26	21,5	8,7	30,0	28,0	14,7	13,2	17,0	10,5	13,0	13,5

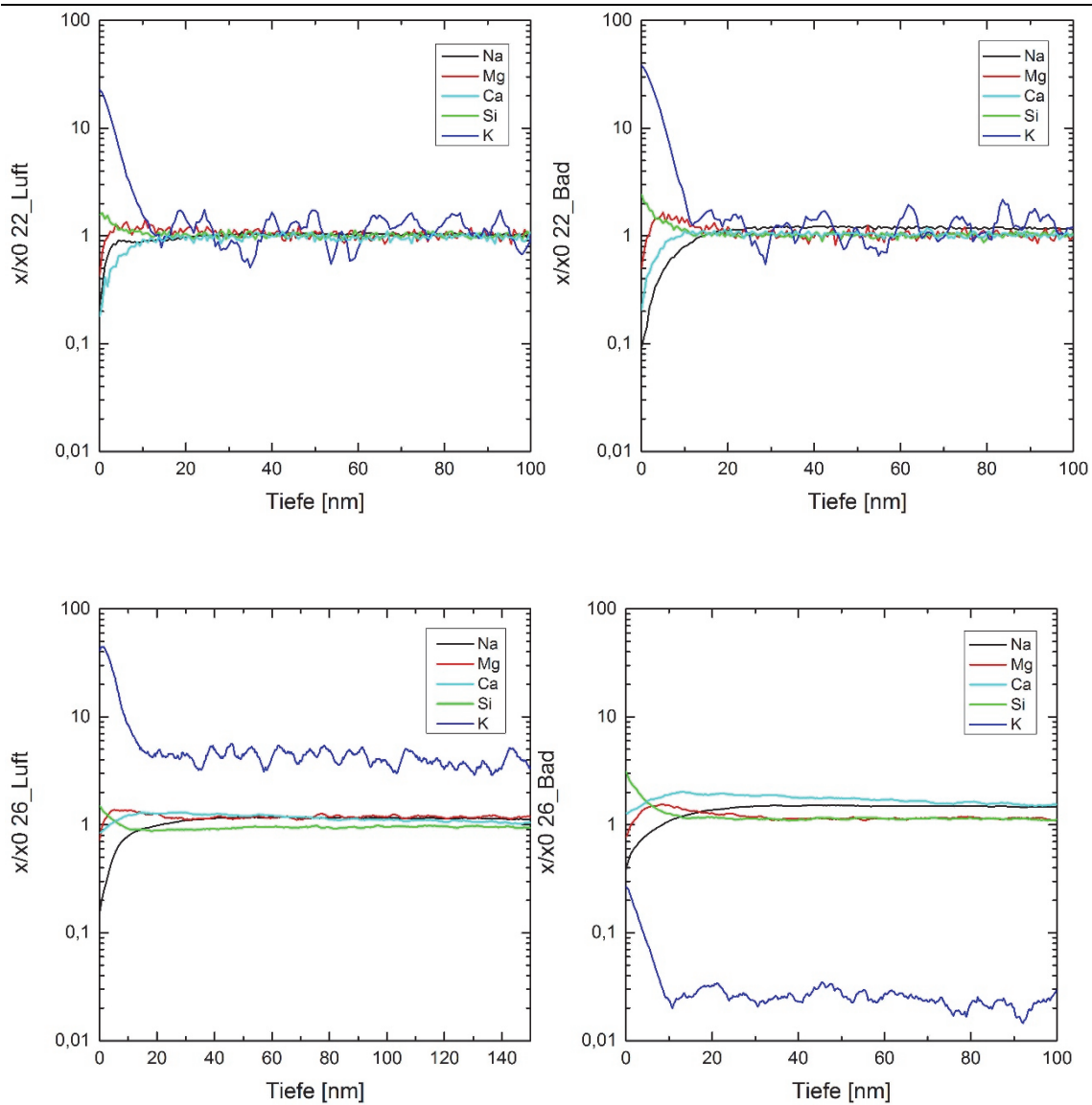












A.10 Abbildung 130: Auslaugungskurven der Ausgangsproben FG1-FG26 bis 100nm Tiefe (SNMS).

B Tabellen und weitere Daten der Klimaexperimente

B.1 Tabelle 19 Rissbildung Klimaexperimente (Probe FG8 und FG26)

Probe FG8 Luftseite													
ProbenNr	Damp-Heat-Test (85/85)					zyklischer Kondensationstest (TEC)							
	Risse gesamt [Anzahl]	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI gesamt	CR	Risse gesamt [Anzahl]	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI gesamt	CR	Risse gesamt [Anzahl]	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse
Ausgangspröbe FG8	85	13,85	6,28	20,13	1291	85	13,85	6,28	20,13	1291	85	13,85	6,28
1 Tag	17	3,08	1,15	4,23	>1500	55	9,62	3,85	13,46	>1500	55	9,62	3,85
3 Tage	33	6,92	1,92	8,85	>1500	86	16,92	5,38	22,31	1137	86	16,92	5,38
5 Tage	64	10,00	4,87	14,87	1400	52	8,46	3,85	12,31	1460	52	8,46	3,85
7 Tage	11	1,92	0,77	2,69	>1500	72	12,31	5,13	17,44	1248	72	12,31	5,13
10 Tage	24	5,38	1,28	6,67	>1500	37	7,31	2,31	9,62	>1500	37	7,31	2,31
15 Tage	11	1,92	0,77	2,69	>1500	68	13,46	4,23	17,69	1382	68	13,46	4,23
20 Tage	19	4,62	0,90	5,51	>1500	67	12,31	4,49	16,79	1368	67	12,31	4,49
25 Tage	46	10,77	2,31	13,08	1386	59	13,08	3,21	16,28	1455	59	13,08	3,21

Probe FG26 Luftseite													
ProbenNr	Damp-Heat-Test (85/85)					zyklischer Kondensationstest (TEC)							
	Risse gesamt [Anzahl]	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI gesamt	CR	Risse gesamt [Anzahl]	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI gesamt	CR	Risse gesamt [Anzahl]	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse
Ausgangspröbe FG26	115	23,85	6,79	30,64	1270	115	23,85	6,79	30,64	1270	115	23,85	6,79
1 Tag	103	17,69	7,31	25,00	1175	226	58,08	9,62	67,69	500	226	58,08	9,62
3 Tage	67	11,54	4,74	16,28	>1500	166	40,00	7,95	47,95	785	166	40,00	7,95
5 Tage	70	14,62	4,10	18,72	1488	188	37,69	11,54	49,23	785	188	37,69	11,54
7 Tage	104	23,08	5,64	28,72	330	177	40,77	9,10	49,87	574	177	40,77	9,10
10 Tage	62	13,08	3,59	16,67	1296	145	32,69	7,69	40,38	958	145	32,69	7,69
15 Tage	59	10,77	3,97	14,74	>1500	105	29,23	3,72	32,95	1080	105	29,23	3,72
20 Tage	74	14,23	4,74	18,97	1240	118	28,46	5,64	34,10	932	118	28,46	5,64
25 Tage	33	8,85	1,28	10,13	1485	113	32,31	3,72	36,03	858	113	32,31	3,72

B.2 Tabelle 20 mechanische Eigenschaften Klimaexperimente (Probe FG8 und FG26)

Probe FG8 Luftseite									
ProbenNr	Damp-Heat-Test (85/85)			zyklischer Kondensationstest (TEC)					
	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	HV [Gpa]	Härte	Br (c/a)	KIFT	B
	HV [GPa]		Mpa m ^{-1/2}	μm ^{-1/2}		HV [GPa]		Mpa m ^{-1/2}	μm ^{-1/2}
Ausgangspröbe FG8	6,45	0,82	0,70	9,28		6,45	0,82	0,70	9,28
1 Tag	7,26	0,75	0,64	11,42		6,83	1,20	0,62	11,07
3 Tage	6,97	0,88	0,62	11,38		7,08	1,08	0,71	10,04
5 Tage	7,12	1,34	0,60	11,59		7,09	0,79	0,75	9,36
7 Tage	7,36	0,49	0,55	13,07		7,30	0,89	0,63	11,69
10 Tage	6,86	0,77	0,59	11,73		6,90	1,14	0,53	13,15
15 Tage	7,83	0,45	0,63	12,81		7,11	1,15	0,54	13,25
20 Tage	6,71	0,75	0,66	10,35		7,12	1,00	0,53	13,36
25 Tage	7,00	0,93	0,71	9,82		7,02	1,16	0,53	13,21

Probe FG26 Luftseite									
ProbenNr	Damp-Heat-Test (85/85)			zyklischer Kondensationstest (TEC)					
	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	HV [Gpa]	Härte	Br (c/a)	KIFT	B
	HV [GPa]		Mpa m ^{-1/2}	μm ^{-1/2}		HV [GPa]		Mpa m ^{-1/2}	μm ^{-1/2}
Ausgangspröbe FG26	6,73	1,50	0,59	11,33		6,73	1,50	0,59	11,33
1 Tag	6,55	1,66	0,52	12,40		7,26	1,90	0,54	13,43
3 Tage	7,01	1,27	0,57	12,19		7,02	1,41	0,63	11,24
5 Tage	7,45	1,39	0,58	12,86		7,06	1,85	0,55	12,93
7 Tage	7,77	1,72	0,61	12,24		7,26	1,79	0,63	11,58
10 Tage	7,70	1,39	0,62	12,02		6,79	1,65	0,58	11,89
15 Tage	7,67	1,47	0,54	14,44		7,60	1,31	0,60	12,59
20 Tage	6,97	1,18	0,67	10,63		7,00	1,50	0,68	10,23
25 Tage	7,58	0,95	0,58	13,39		6,72	1,44	0,71	9,34

B.3 Tabelle 21: Indentation Messwerte aller Kräfte (300-1500mN) FG8, Luftseite, zyklischer Kondensationstest

Probe 8 Luftseite TEC																		
1 Tag	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,80	0,47	9,13	1,12	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,90	--	--
400	9,69	0,79	7,90	1,39	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,85	--	--
500	10,64	0,66	8,19	1,53	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,32	--	--
600	11,20	0,84	8,87	1,61	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,60	--	--
700	13,18	0,47	7,47	1,89	1	2	3	14,45	0,00	11,57	0,69	5	3	8	2,19	6,59	0,46	16,41
800	14,53	0,53	7,03	2,08	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,27	--	--
900	14,93	0,35	7,48	2,14	2	1	3	15,65	0,82	13,12	0,00	10	2	12	2,10	7,47	0,52	14,43
1000	16,75	0,57	6,61	2,40	3	2	5	14,17	1,27	16,05	0,49	15	3	18	1,69	8,37	0,71	9,30
1100	17,40	0,93	6,74	2,49	3	5	8	15,77	0,91	16,42	0,80	15	8	23	1,81	8,70	0,66	10,21
1200	18,09	0,89	6,80	2,59	4	4	8	16,98	1,25	16,36	1,51	20	7	27	1,88	9,05	0,64	10,59
1300	19,34	0,81	6,44	2,77	4	4	8	19,05	2,14	18,51	0,79	20	7	27	1,97	9,67	0,60	10,72
1400	19,57	0,77	6,78	2,81	4	4	8	19,99	0,30	19,09	1,64	20	7	27	2,04	9,79	0,59	11,55
1500	20,23	0,73	6,80	2,90	4	8	12	19,83	2,24	20,26	1,42	20	13	33	1,96	10,12	0,64	10,69
3 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,11	0,65	11,00	1,02	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,56	--	--
400	9,51	0,47	8,21	1,36	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,75	--	--
500	10,67	0,40	8,15	1,53	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,33	--	--
600	12,56	0,49	7,06	1,80	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,28	--	--
700	13,29	0,67	7,35	1,90	2	0	2	10,66	0,06	0,00	0,00	10	0	10	1,60	6,64	0,72	10,16
800	14,35	0,55	7,21	2,06	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,17	--	--

Anhang

900	15,54	0,86	6,91	2,23	4	3	7	12,72	0,46	13,55	1,59	20	5	25	1,64	7,77	0,74	9,38
1000	16,28	0,44	6,99	2,33	2	3	5	12,88	1,17	13,11	0,51	10	5	15	1,58	8,14	0,80	8,76
1100	16,75	0,61	7,27	2,40	6	8	14	14,59	0,77	14,32	1,81	30	13	43	1,74	8,37	0,71	10,18
1200	17,89	0,68	6,95	2,57	10	7	17	16,12	2,01	16,27	2,19	50	12	62	1,80	8,95	0,69	10,13
1300	18,70	0,72	6,90	2,68	6	5	11	17,05	1,19	17,54	1,59	30	8	38	1,82	9,35	0,69	10,05
1400	19,04	0,94	7,17	2,73	5	6	11	17,27	0,70	17,18	1,14	25	10	35	1,81	9,52	0,71	10,08
1500	19,61	0,96	7,23	2,81	9	10	19	19,82	2,01	18,28	1,58	45	17	62	2,02	9,80	0,62	11,72

5 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,93	0,66	8,86	1,14	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,96	--	--
400	9,55	0,46	8,14	1,37	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,77	--	--
500	10,57	0,79	8,30	1,52	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,28	--	--
600	11,71	0,55	8,12	1,68	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,85	--	--
700	13,01	0,86	7,67	1,87	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,51	--	--
800	14,13	0,70	7,43	2,03	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,06	--	--
900	14,87	0,61	7,55	2,13	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,44	--	--
1000	16,07	0,70	7,18	2,30	1	0	1	12,89	0,00	0,00	0,00	5	0	5	1,60	8,04	0,79	9,12
1100	17,07	0,63	7,00	2,45	2	2	4	15,04	0,97	12,98	0,38	10	3	13	1,76	8,54	0,70	10,06
1200	18,07	0,72	6,81	2,59	4	4	8	14,11	1,25	15,21	1,24	20	7	27	1,56	9,04	0,85	8,04
1300	18,85	0,50	6,79	2,70	2	4	6	15,62	1,17	15,30	0,82	10	7	17	1,66	9,42	0,79	8,60
1400	19,34	0,62	6,94	2,77	6	9	15	18,16	1,01	15,35	1,37	30	15	45	1,88	9,67	0,67	10,36
1500	19,93	0,52	7,01	2,86	7	11	18	18,38	0,84	17,73	1,66	35	18	53	1,84	9,96	0,70	9,98

7 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,70	0,95	9,39	1,10	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,85	--	--
400	9,06	0,42	9,04	1,30	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,53	--	--

Anhang

500	10,54	0,45	8,35	1,51	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,27	--	--
600	12,29	0,53	7,37	1,76	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,15	--	--
700	13,46	0,54	7,17	1,93	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,73	--	--
800	14,76	0,68	6,81	2,12	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,38	--	--
900	14,88	0,65	7,54	2,13	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,44	--	--
1000	15,96	0,53	7,28	2,29	1	2	3	14,83	0,00	14,73	0,34	5	3	8	1,86	7,98	0,63	11,49	
1100	16,71	1,00	7,30	2,40	5	10	15	15,80	0,65	15,66	0,95	25	17	42	1,89	8,36	0,63	11,55	
1200	17,26	0,83	7,47	2,48	6	5	11	16,39	1,30	16,62	0,96	30	8	38	1,90	8,63	0,65	11,56	
1300	18,44	0,50	7,09	2,64	9	11	20	17,46	0,68	17,05	1,62	45	18	63	1,89	9,22	0,65	10,85	
1400	18,80	0,57	7,35	2,69	6	5	11	19,07	0,28	17,27	1,53	30	8	38	2,03	9,40	0,61	12,14	
1500	19,17	0,84	7,57	2,75	5	7	12	19,78	0,65	20,01	1,63	25	12	37	2,06	9,58	0,60	12,52	
10 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte Hv [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]	
300	7,27	0,55	10,52	1,04	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,64	--	--	
400	9,36	0,45	8,47	1,34	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,68	--	--	
500	10,71	0,51	8,08	1,54	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,36	--	--	
600	11,71	0,48	8,11	1,68	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,86	--	--	
700	13,01	0,54	7,67	1,87	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,50	--	--	
800	14,52	0,64	7,04	2,08	2	2	4	14,64	0,19	14,53	0,04	10	3	13	2,02	7,26	0,53	13,40	
900	15,21	0,41	7,22	2,18	2	2	4	15,94	0,47	15,72	0,09	10	3	13	2,10	7,60	0,51	14,05	
1000	16,40	0,93	6,90	2,35	2	1	3	16,83	0,42	17,28	0,00	10	2	12	2,05	8,20	0,54	12,82	
1100	16,91	0,75	7,13	2,42	4	5	9	18,08	1,03	17,80	1,58	20	8	28	2,14	8,46	0,52	13,64	
1200	18,45	0,81	6,54	2,64	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	9,22	--	--	
1300	18,52	0,61	7,03	2,65	2	0	2	19,78	0,13	0,00	0,00	10	0	10	2,14	9,26	0,54	12,93	
1400	19,86	1,13	6,58	2,85	4	6	10	22,00	0,92	21,42	1,05	20	10	30	2,22	9,93	0,52	12,76	
1500	20,28	0,72	6,76	2,91	3	2	5	22,07	2,92	22,09	1,40	15	3	18	2,18	10,14	0,54	12,45	

Anhang

15 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,52	0,38	9,85	1,08	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,76	--	--
400	9,50	0,47	8,22	1,36	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,75	--	--
500	10,68	0,61	8,13	1,53	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,34	--	--
600	11,30	0,41	8,71	1,62	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,65	--	--
700	13,18	0,40	7,47	1,89	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,59	--	--
800	14,41	0,40	7,15	2,07	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,20	--	--
900	15,60	0,64	6,86	2,24	3	2	5	16,83	0,60	13,89	0,77	15	3	18	2,16	7,80	0,49	14,13
1000	16,27	0,53	7,00	2,33	3	5	8	16,69	0,16	15,88	2,98	15	8	23	2,05	8,14	0,54	12,96
1100	17,33	0,56	6,80	2,48	4	2	6	18,44	0,50	17,32	1,43	20	3	23	2,13	8,66	0,52	13,07
1200	17,46	0,56	7,30	2,50	5	5	10	18,63	1,09	17,87	0,58	25	8	33	2,13	8,73	0,54	13,54
1300	17,92	0,89	7,51	2,57	2	4	6	19,72	0,19	18,73	0,31	10	7	17	2,20	8,96	0,53	14,21
1400	19,16	0,68	7,07	2,75	8	10	18	20,11	0,95	19,73	1,44	40	17	57	2,10	9,58	0,57	12,41
1500	19,71	0,73	7,16	2,83	10	5	15	21,80	2,18	20,66	2,21	50	8	58	2,21	9,85	0,54	13,32

20 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,51	0,66	9,87	1,08	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,75	--	--
400	9,20	0,41	8,76	1,32	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,60	--	--
500	10,48	0,55	8,45	1,50	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,24	--	--
600	12,00	0,58	7,72	1,72	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,00	--	--
700	13,12	0,58	7,55	1,88	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,56	--	--
800	14,11	0,44	7,45	2,02	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,05	--	--
900	15,21	0,62	7,22	2,18	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,60	--	--
1000	15,76	0,68	7,47	2,26	1	0	1	17,17	0,00	0,00	0,00	5	0	5	2,18	7,88	0,50	14,89
1100	16,86	0,42	7,18	2,42	5	7	12	18,02	0,52	18,06	0,64	25	12	37	2,14	8,43	0,52	13,70
1200	17,33	0,73	7,41	2,48	6	7	13	19,50	0,66	18,77	1,41	30	12	42	2,25	8,66	0,50	14,84

Anhang

1300	18,46	0,53	7,07	2,65	7	5	12	19,89	1,14	19,52	0,48	35	8	43	2,15	9,23	0,54	13,15
1400	20,06	0,47	6,45	2,88	8	8	16	20,71	1,17	20,41	1,86	40	13	53	2,06	10,03	0,57	11,31
1500	20,36	0,98	6,71	2,92	5	8	13	22,05	1,47	22,03	1,90	25	13	38	2,17	10,18	0,55	12,29
25 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,78	0,56	9,18	1,12	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,89	--	--
400	9,69	0,34	7,89	1,39	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,85	--	--
500	10,84	0,39	7,89	1,55	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,42	--	--
600	11,24	0,43	8,81	1,61	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,62	--	--
700	12,75	0,46	7,98	1,83	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,38	--	--
800	14,40	0,33	7,16	2,06	2	1	3	15,46	0,23	13,09	0,00	10	2	12	2,15	7,20	0,48	14,90
900	15,14	0,46	7,28	2,17	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,57	--	--
1000	16,46	0,21	6,84	2,36	3	0	3	17,63	0,36	0,00	0,00	15	0	15	2,14	8,23	0,50	13,58
1100	16,67	0,66	7,34	2,39	2	2	4	18,39	1,14	17,46	0,17	10	3	13	2,21	8,33	0,50	14,62
1200	17,91	0,89	6,94	2,57	5	5	10	19,31	2,89	19,08	0,78	25	8	33	2,16	8,95	0,52	13,24
1300	18,78	0,58	6,84	2,69	7	4	11	20,06	0,29	18,71	1,17	35	7	42	2,14	9,39	0,54	12,65
1400	19,24	0,51	7,01	2,76	5	5	10	20,60	0,49	20,25	0,76	25	8	33	2,14	9,62	0,55	12,71
1500	20,29	0,62	6,76	2,91	10	8	18	22,11	0,94	21,14	1,59	50	13	63	2,18	10,14	0,54	12,47

B.4 Tabelle 22: Indentation Messwerte aller Kräfte (300-1500mN) FG8, Luftseite, Damp-Heat-Test

Probe 8 Luftseite 85/85																		
1 Tag	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,82	0,30	9,11	1,12	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,91	--	--
400	9,62	0,53	8,02	1,38	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,81	--	--
500	11,03	0,72	7,62	1,58	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,51	--	--
600	11,77	0,44	8,04	1,69	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,88	--	--
700	13,49	0,56	7,14	1,93	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,74	--	--
800	14,50	0,67	7,06	2,08	1	1	2	14,49	0,00	13,48	0,00	5	2	7	2,00	7,25	0,53	13,24
900	14,85	0,30	7,56	2,13	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,43	--	--
1000	15,94	0,67	7,30	2,29	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,97	--	--
1100	16,65	0,87	7,35	2,39	2	0	2	15,46	1,01	0,00	0,00	10	0	10	1,86	8,33	0,65	11,29
1200	17,39	0,50	7,36	2,49	3	2	5	16,21	1,58	15,56	0,37	15	3	18	1,86	8,69	0,66	11,12
1300	18,25	0,65	7,24	2,62	1	3	4	18,45	0,00	16,28	1,75	5	5	10	2,02	9,13	0,60	12,16
1400	19,27	0,66	6,99	2,76	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	9,63	--	--
1500	19,67	0,39	7,19	2,82	1	3	4	19,23	0,00	20,87	3,81	5	5	10	1,95	9,83	0,65	11,10

3 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,06	0,59	8,57	1,16	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,03	--	--
400	9,82	0,46	7,69	1,41	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,91	--	--
500	11,20	0,39	7,40	1,61	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,60	--	--
600	12,00	0,77	7,72	1,72	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,00	--	--
700	14,21	0,45	6,43	2,04	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,10	--	--
800	14,49	0,78	7,07	2,08	4	1	5	12,74	1,56	12,12	0,00	20	2	22	1,76	7,24	0,65	10,95

Anhang

900	15,52	0,36	6,93	2,23	1	0	1	14,07	0,00	0,00	0,00	5	0	5	1,81	7,76	0,63	10,96
1000	16,43	0,65	6,87	2,36	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	8,21	--	--
1100	17,04	0,66	7,02	2,44	1	2	3	16,41	0,00	15,27	1,63	5	3	8	1,93	8,52	0,61	11,52
1200	17,84	0,36	6,99	2,56	1	1	2	16,12	0,00	16,41	0,00	5	2	7	1,81	8,92	0,68	10,21
1300	18,82	0,80	6,80	2,70	6	6	12	18,77	0,70	17,51	2,28	30	10	40	1,99	9,41	0,60	11,37
1400	19,52	0,78	6,81	2,80	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	9,76	--	--
1500	19,55	0,99	7,28	2,80	5	5	10	20,43	1,06	19,75	1,91	25	8	33	2,09	9,77	0,59	12,40
5 Tage																		
	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte Hv [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]

300	8,11	0,57	8,46	1,16	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,06	--	--
400	9,08	0,52	9,00	1,30	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,54	--	--
500	10,44	0,66	8,50	1,50	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,22	--	--
600	12,09	0,45	7,61	1,73	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,05	--	--
700	13,50	0,43	7,12	1,94	2	0	2	11,92	0,59	0,00	0,00	10	0	10	1,77	6,75	0,62	11,45
800	14,10	0,75	7,46	2,02	2	4	6	12,55	0,39	11,28	0,88	10	7	17	1,78	7,05	0,64	11,60
900	14,47	0,57	7,97	2,07	1	2	3	14,57	0,00	15,16	0,24	5	3	8	2,01	7,23	0,56	14,26
1000	16,37	0,66	6,92	2,35	3	2	5	15,41	0,67	14,61	0,95	15	3	18	1,88	8,18	0,61	11,29
1100	17,50	0,61	6,66	2,51	3	5	8	15,60	0,62	16,75	1,00	15	8	23	1,78	8,75	0,68	9,86
1200	17,91	0,63	6,94	2,57	2	3	5	17,81	0,21	15,71	1,94	10	5	15	1,99	8,95	0,59	11,74
1300	18,92	0,68	6,74	2,71	3	4	7	19,25	0,41	17,96	0,85	15	7	22	2,03	9,46	0,58	11,64
1400	19,06	0,70	7,14	2,73	6	12	18	18,30	1,09	20,17	1,42	30	20	50	1,92	9,53	0,65	10,94
1500	19,72	0,50	7,16	2,83	4	6	10	22,64	2,59	22,37	1,90	20	10	30	2,30	9,86	0,51	14,09

7 Tage																		
	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte Hv [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,66	0,40	9,49	1,10	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,83	--	--
400	9,19	0,36	8,78	1,32	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,60	--	--

Anhang

10 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler H _v [GPa]	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse	Risse	Risse	Risse	Risse	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
					[Anzahl]	SecRadial [Anzahl]	gesamt [Anzahl]	Radial [Anzahl]	SecRadial [Anzahl]											
500	10,22	0,57	8,88	1,47	0	0	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,11	--	--
600	11,62	0,35	8,24	1,67	0	0	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,81	--	--
700	12,95	0,64	7,74	1,86	0	0	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,48	--	--
800	13,85	0,65	7,74	1,99	0	0	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,92	--	--
900	14,45	0,59	8,00	2,07	0	0	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,22	--	--
1000	15,93	0,71	7,31	2,28	2	2	4	4	4	17,04	0,15	16,43	0,62	10	3	13	2,14	7,97	0,51	14,24
1100	16,75	0,49	7,27	2,40	0	0	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	8,37	--	--
1200	17,65	0,50	7,14	2,53	1	3	4	4	4	19,23	0,00	16,39	0,42	5	5	10	2,18	8,83	0,52	13,74
1300	17,84	0,90	7,58	2,56	0	0	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	8,92	--	--
1400	19,41	0,64	6,89	2,78	0	0	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	9,71	--	--
1500	20,02	0,86	6,94	2,87	2	1	3	3	3	20,09	0,77	19,70	0,00	10	2	12	2,01	10,01	0,62	11,25

300	8,22	0,36	8,23	1,18	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,11	--	--
400	9,34	0,59	8,50	1,34	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,67	--	--
500	10,99	0,47	7,68	1,58	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,49	--	--
600	12,28	0,49	7,37	1,76	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,14	--	--
700	13,20	0,60	7,45	1,89	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,60	--	--
800	14,60	0,44	6,96	2,09	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,30	--	--
900	15,22	0,44	7,21	2,18	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,61	--	--
1000	16,16	0,56	7,10	2,32	4	1	5	16,68	0,75	14,81	0,00	20	2	22	2,06	8,08	0,54	13,21
1100	17,19	0,57	6,90	2,46	2	0	2	16,92	1,46	0,00	0,00	10	0	10	1,97	8,60	0,59	11,76
1200	17,86	0,49	6,98	2,56	2	4	6	17,52	1,28	17,12	0,75	10	7	17	1,96	8,93	0,60	11,55
1300	19,06	0,50	6,63	2,73	4	3	7	19,14	0,91	17,05	0,75	20	5	25	2,01	9,53	0,59	11,28
1400	19,68	0,56	6,71	2,82	2	2	4	19,40	0,18	19,87	2,86	10	3	13	1,97	9,84	0,62	10,86
1500	20,81	0,52	6,42	2,98	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	10,41	--	--

Anhang

15 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler Hv	Härte Hv [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,59	0,43	9,65	1,09	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,80	--	--
400	9,46	0,43	8,29	1,36	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,73	--	--
500	9,66	0,47	9,93	1,39	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,83	--	--
600	11,62	0,47	8,24	1,67	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,81	--	--
700	12,97	0,57	7,72	1,86	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,48	--	--
800	13,38	0,49	8,29	1,92	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,69	--	--
900	14,26	0,77	8,21	2,04	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,13	--	--
1000	15,38	0,91	7,84	2,20	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,69	--	--
1100	15,63	0,58	8,36	2,24	3	3	6	14,99	1,30	15,55	1,30	15	5	20	1,92	7,81	0,64	13,06
1200	16,35	0,57	8,33	2,34	1	2	3	15,69	0,00	17,65	1,24	5	3	8	1,92	8,17	0,65	12,75
1300	18,07	0,49	7,38	2,59	1	1	2	18,55	0,00	17,33	0,00	5	2	7	2,05	9,04	0,58	12,63
1400	19,10	0,65	7,11	2,74	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	9,55	--	--
1500	19,73	0,48	7,15	2,83	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	9,86	--	--

20 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler Hv	Härte Hv [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,57	0,46	7,57	1,23	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,29	--	--
400	9,44	0,73	8,33	1,35	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,72	--	--
500	10,50	0,85	8,41	1,50	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,25	--	--
600	12,56	0,63	7,05	1,80	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,28	--	--
700	14,15	0,83	6,49	2,03	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,07	--	--
800	14,65	0,73	6,92	2,10	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,32	--	--
900	15,39	0,49	7,05	2,21	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,69	--	--
1000	16,56	0,41	6,76	2,37	1	1	2	17,60	0,00	14,39	0,00	5	2	7	2,13	8,28	0,51	13,30
1100	17,55	0,63	6,63	2,52	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	8,77	--	--
1200	18,19	0,80	6,73	2,61	2	2	4	16,43	1,60	17,22	1,30	10	3	13	1,81	9,09	0,68	9,92

Anhang

1300	18,94	0,69	6,72	2,72	4	4	8	18,50	1,65	17,00	1,60	20	7	27	1,95	9,47	0,62	10,92
1400	19,87	0,79	6,58	2,85	3	0	3	22,06	0,80	0,00	0,00	15	0	15	2,22	9,93	0,51	12,80
1500	20,98	0,54	6,32	3,01	2	0	2	17,23	0,44	0,00	0,00	10	0	10	1,64	10,49	0,81	7,77
25 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,66	0,56	7,42	1,24	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,33	--	--
400	9,69	0,41	7,90	1,39	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,85	--	--
500	11,39	0,34	7,15	1,63	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,69	--	--
600	12,69	0,54	6,91	1,82	2	0	2	9,38	0,39	0,00	0,00	10	0	10	1,48	6,34	0,78	8,91
700	13,57	0,48	7,05	1,95	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,79	--	--
800	14,61	0,59	6,95	2,09	3	0	3	12,10	0,13	0,00	0,00	15	0	15	1,66	7,30	0,70	9,88
900	14,91	0,70	7,50	2,14	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,46	--	--
1000	16,55	0,51	6,77	2,37	0	1	1	0,00	0,00	11,16	0,00	0	2	2	0,00	8,27	--	--
1100	16,94	0,71	7,11	2,43	4	4	8	15,18	1,58	14,15	0,62	20	7	27	1,79	8,47	0,68	10,44
1200	17,71	0,67	7,10	2,54	4	3	7	14,43	1,27	13,49	0,44	20	5	25	1,63	8,85	0,80	8,85
1300	18,59	1,07	6,98	2,67	5	1	6	17,88	1,51	14,67	0,00	25	2	27	1,92	9,30	0,64	10,98
1400	19,58	1,19	6,77	2,81	8	8	16	17,64	1,26	16,45	1,81	40	13	53	1,80	9,79	0,71	9,56
1500	20,22	0,71	6,80	2,90	2	1	3	18,01	1,44	16,76	0,00	10	2	12	1,78	10,11	0,73	9,27

B.5 Tabelle 23: Indentation Messwerte aller Kräfte (300-1500mN) FG26, Luftseite, zyklischer Kondensationstest

Probe 26 Luftseite TEC																		
1 Tag	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,83	0,40	9,08	1,12	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,91	--	--
400	9,55	0,77	8,13	1,37	3	5	8	9,51	0,65	8,75	0,96	15	8	23	1,99	4,78	0,47	17,31
500	10,18	0,70	8,94	1,46	9	3	12	9,99	0,69	11,90	0,67	45	5	50	1,96	5,09	0,52	17,20
600	11,96	0,75	7,78	1,71	12	4	16	11,56	1,02	11,95	0,56	60	7	67	1,93	5,98	0,54	14,48
700	13,34	0,84	7,30	1,91	9	9	18	12,90	0,65	12,41	1,27	45	15	60	1,93	6,67	0,55	13,28
800	14,37	0,75	7,19	2,06	12	6	18	14,61	0,76	13,98	1,24	60	10	70	2,03	7,18	0,52	13,70
900	15,23	0,78	7,20	2,18	12	10	22	15,18	1,37	15,64	1,41	60	17	77	1,99	7,62	0,56	12,92
1000	15,72	0,62	7,51	2,25	13	9	22	16,88	1,58	16,50	0,84	65	15	80	2,15	7,86	0,52	14,53
1100	16,73	0,95	7,29	2,40	14	5	19	17,17	1,60	17,06	2,27	70	8	78	2,05	8,36	0,56	12,97
1200	17,29	0,85	7,44	2,48	19	6	25	18,47	1,59	16,65	1,14	95	10	105	2,14	8,64	0,54	13,69
1300	18,49	0,60	7,06	2,65	18	5	23	19,65	1,43	19,45	1,61	90	8	98	2,13	9,24	0,55	12,80
1400	19,28	0,63	6,98	2,76	20	6	26	20,81	1,36	20,57	1,72	100	10	110	2,16	9,64	0,55	12,75
1500	19,32	0,81	7,45	2,77	10	7	17	21,59	2,03	20,82	1,55	50	12	62	2,23	9,66	0,54	13,86
3 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,42	0,70	7,86	1,21	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,21	--	--
400	9,13	0,65	8,89	1,31	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,57	--	--
500	10,29	0,68	8,75	1,48	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,15	--	--
600	12,30	0,49	7,35	1,76	3	0	3	9,73	1,17	0,00	0,00	15	0	15	1,58	6,15	0,72	10,28
700	13,09	0,69	7,57	1,88	6	0	6	11,30	0,60	0,00	0,00	30	0	30	1,73	6,55	0,66	11,52
800	14,30	0,59	7,26	2,05	8	8	16	11,88	0,71	11,62	1,15	40	13	53	1,66	7,15	0,71	10,20

Anhang

900	15,79	0,43	6,69	2,26	6	8	14	13,66	1,09	14,25	1,87	30	13	43	1,73	7,90	0,68	9,89
1000	15,93	0,68	7,31	2,28	12	4	16	15,35	1,27	14,54	1,42	60	7	67	1,93	7,97	0,60	12,10
1100	16,93	0,70	7,12	2,43	13	9	22	16,24	0,80	16,18	1,21	65	15	80	1,92	8,46	0,62	11,51
1200	18,06	0,92	6,82	2,59	11	8	19	17,15	1,56	16,62	2,05	55	13	68	1,90	9,03	0,64	10,74
1300	18,61	0,68	6,96	2,67	13	10	23	17,77	1,46	16,85	1,30	65	17	82	1,91	9,31	0,65	10,78
1400	19,31	0,90	6,97	2,77	18	6	24	18,83	1,18	19,38	1,67	90	10	100	1,95	9,65	0,64	10,93
1500	19,85	0,72	7,06	2,85	14	9	23	19,96	1,43	19,68	1,25	70	15	85	2,01	9,92	0,62	11,37
5 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte Hv [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]

300	8,56	0,39	7,59	1,23	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,28	--	--
400	9,53	0,40	8,17	1,37	2	0	2	8,68	0,05	0,00	0,00	10	0	10	1,82	4,77	0,54	15,19
500	10,43	0,50	8,52	1,50	6	2	8	9,80	0,79	9,30	0,57	30	3	33	1,88	5,22	0,55	15,54
600	12,50	0,54	7,13	1,79	8	4	12	11,35	1,14	11,63	0,62	40	7	47	1,82	6,25	0,58	12,35
700	13,39	0,73	7,24	1,92	3	3	6	12,77	0,73	13,69	0,78	15	5	20	1,91	6,69	0,56	12,95
800	14,56	0,43	7,00	2,09	8	9	17	14,18	0,90	13,59	0,93	40	15	55	1,95	7,28	0,56	12,59
900	15,56	0,52	6,90	2,23	6	9	15	15,46	0,57	15,51	1,35	30	15	45	1,99	7,78	0,55	12,45
1000	16,39	0,61	6,90	2,35	9	12	21	16,66	1,10	16,32	1,63	45	20	65	2,03	8,19	0,55	12,57
1100	16,83	0,61	7,20	2,41	10	8	18	17,25	1,57	18,09	0,63	50	13	63	2,05	8,42	0,56	12,82
1200	17,99	0,72	6,87	2,58	9	10	19	19,05	0,64	17,20	1,66	45	17	62	2,12	9,00	0,54	12,72
1300	18,49	0,55	7,05	2,65	11	10	21	19,16	1,14	19,03	1,44	55	17	72	2,07	9,25	0,57	12,30
1400	18,90	0,66	7,27	2,71	12	12	24	20,34	1,22	20,02	2,32	60	20	80	2,15	9,45	0,56	13,09
1500	19,51	0,98	7,31	2,80	14	11	25	22,24	1,20	21,03	1,96	70	18	88	2,28	9,75	0,52	14,08

7 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte Hv [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
--------	------------------	--------	----------------	---------------	-----------------------	--------------------------	-----------------------	-------------------------	--------	--------------------------	--------	-------------------	----------------------	--------------	----------	------------------------	---	-------------------------

300	8,05	0,71	8,59	1,15	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,02	--	--
400	9,61	0,44	8,04	1,38	8	2	10	8,77	0,89	7,09	0,42	40	3	43	1,83	4,80	0,53	15,07

Anhang

500	10,93	0,68	7,77	1,57	7	3	10	10,27	1,19	9,74	0,64	35	5	40	1,88	5,46	0,53	14,52
600	12,26	0,58	7,41	1,76	9	5	14	11,67	0,92	11,82	0,31	45	8	53	1,90	6,13	0,54	13,65
700	13,27	0,81	7,37	1,90	3	1	4	13,53	0,38	13,34	0,00	15	2	17	2,04	6,64	0,51	14,49
800	14,27	0,99	7,29	2,05	4	2	6	13,72	0,94	14,78	0,29	20	3	23	1,92	7,13	0,57	12,74
900	15,03	0,38	7,39	2,16	12	5	17	14,63	0,82	13,48	1,00	60	8	68	1,95	7,52	0,58	12,72
1000	16,10	0,67	7,15	2,31	9	12	21	15,40	1,47	15,04	1,69	45	20	65	1,91	8,05	0,61	11,78
1100	16,73	0,49	7,28	2,40	8	7	15	15,66	1,20	16,48	0,97	40	12	52	1,87	8,37	0,65	11,29
1200	17,67	1,08	7,13	2,53	7	7	14	16,56	0,86	16,35	0,86	35	12	47	1,87	8,84	0,65	10,88
1300	18,34	0,83	7,17	2,63	11	8	19	18,53	1,32	17,25	1,47	55	13	68	2,02	9,17	0,60	11,99
1400	18,86	0,77	7,30	2,70	15	10	25	18,27	2,45	18,94	1,68	75	17	92	1,94	9,43	0,65	11,20
1500	19,39	0,98	7,40	2,78	13	9	22	20,14	1,08	19,37	1,88	65	15	80	2,08	9,70	0,60	12,35

10 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte Hv [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,26	0,62	8,16	1,18	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,13	--	--
400	9,67	0,89	7,94	1,39	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,83	--	--
500	11,32	0,32	7,24	1,62	4	3	7	10,28	0,32	10,11	0,39	20	5	25	1,82	5,66	0,55	13,08
600	12,07	0,57	7,64	1,73	7	3	10	11,33	0,60	11,89	1,04	35	5	40	1,88	6,03	0,56	13,68
700	13,53	0,71	7,09	1,94	1	2	3	12,49	0,00	12,05	0,87	5	3	8	1,85	6,76	0,58	12,14
800	14,63	0,41	6,94	2,10	2	3	5	13,86	0,97	13,76	1,16	10	5	15	1,90	7,31	0,58	12,00
900	16,14	0,69	6,41	2,31	7	2	9	14,79	1,11	13,55	0,25	35	3	38	1,83	8,07	0,61	10,44
1000	16,22	0,57	7,05	2,33	8	11	19	16,36	0,37	15,65	1,18	40	18	58	2,02	8,11	0,56	12,60
1100	17,28	0,57	6,83	2,48	9	7	16	17,51	0,93	17,04	0,88	45	12	57	2,03	8,64	0,56	12,11
1200	17,99	0,60	6,88	2,58	10	9	19	18,34	0,99	17,86	1,62	50	15	65	2,04	9,00	0,57	12,02
1300	18,50	0,74	7,05	2,65	12	6	18	19,69	1,33	18,06	1,37	60	10	70	2,13	9,25	0,55	12,81
1400	19,59	0,96	6,77	2,81	14	5	19	19,30	1,72	19,57	0,78	70	8	78	1,97	9,80	0,62	10,86
1500	20,78	0,66	6,44	2,98	11	9	20	21,36	2,36	20,22	2,20	55	15	70	2,06	10,39	0,59	10,97

Anhang

15 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,69	0,75	9,40	1,10	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,85	--	--
400	9,14	0,25	8,88	1,31	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,57	--	--
500	10,79	0,72	7,97	1,55	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,39	--	--
600	11,68	0,82	8,16	1,67	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,84	--	--
700	13,12	0,66	7,54	1,88	2	2	4	10,40	0,64	9,66	0,00	10	3	13	1,59	6,56	0,75	10,11
800	14,18	0,55	7,38	2,03	1	1	2	11,33	0,00	11,49	0,00	5	2	7	1,60	7,09	0,76	9,74
900	14,57	1,02	7,87	2,09	7	3	10	13,41	0,42	12,55	0,67	35	5	40	1,84	7,28	0,64	12,27
1000	15,31	0,94	7,91	2,20	5	3	8	14,73	0,69	14,20	1,07	25	5	30	1,92	7,66	0,62	12,81
1100	17,10	0,55	6,97	2,45	9	6	15	16,16	0,57	15,75	1,74	45	10	55	1,89	8,55	0,63	11,08
1200	17,30	0,66	7,44	2,48	11	7	18	17,44	1,23	17,00	1,68	55	12	67	2,02	8,65	0,59	12,54
1300	18,00	1,24	7,44	2,58	15	2	17	18,35	0,90	17,61	1,14	75	3	78	2,04	9,00	0,60	12,50
1400	18,40	0,53	7,67	2,64	13	2	15	18,25	1,39	19,27	0,50	65	3	68	1,98	9,20	0,64	12,06
1500	18,56	0,47	8,08	2,66	13	3	16	20,55	1,06	20,45	0,51	65	5	70	2,21	9,28	0,56	14,52

20 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,87	0,30	7,07	1,27	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,44	--	--
400	9,95	0,22	7,49	1,43	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,97	--	--
500	10,88	0,41	7,83	1,56	2	0	2	8,80	0,60	0,00	0,00	10	0	10	1,62	5,44	0,67	11,66
600	12,04	0,43	7,67	1,73	4	2	6	10,57	0,27	11,79	0,68	20	3	23	1,75	6,02	0,62	12,39
700	13,40	0,27	7,23	1,92	3	1	4	12,13	0,98	11,89	0,00	15	2	17	1,81	6,70	0,61	11,95
800	14,35	0,36	7,20	2,06	5	3	8	12,15	1,58	12,77	0,73	25	5	30	1,69	7,18	0,69	10,43
900	15,31	0,35	7,12	2,20	7	6	13	12,91	1,38	13,20	0,56	35	10	45	1,69	7,66	0,71	9,98
1000	16,45	0,35	6,85	2,36	10	6	16	14,28	0,72	14,76	1,41	50	10	60	1,74	8,23	0,70	9,86
1100	16,95	0,47	7,10	2,43	8	7	15	15,50	1,03	15,67	1,38	40	12	52	1,83	8,48	0,66	10,69
1200	17,78	0,42	7,04	2,55	11	4	15	16,56	1,37	15,67	1,22	55	7	62	1,86	8,89	0,66	10,68

Anhang

1300	18,68	0,26	6,91	2,68	8	4	12	17,05	1,45	17,34	1,39	40	7	47	1,83	9,34	0,69	10,02
1400	19,77	0,52	6,64	2,83	8	6	14	17,68	2,00	17,72	1,90	40	10	50	1,79	9,89	0,72	9,26
1500	19,79	0,59	7,10	2,84	8	5	13	19,25	1,82	18,64	0,88	40	8	48	1,95	9,89	0,65	10,86
25 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,41	0,71	7,87	1,21	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,20	--	--
400	9,41	0,45	8,38	1,35	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,70	--	--
500	11,53	0,57	6,97	1,65	2	0	2	8,32	0,87	0,00	0,00	10	0	10	1,44	5,77	0,77	9,01
600	12,19	0,66	7,49	1,75	1	3	4	9,22	0,00	9,69	1,03	5	5	10	1,51	6,10	0,77	9,74
700	14,47	0,66	6,20	2,07	6	2	8	13,25	0,90	11,28	0,05	30	3	33	1,83	7,24	0,57	10,84
800	14,48	0,70	7,08	2,08	6	3	9	11,95	1,83	12,01	0,46	30	5	35	1,65	7,24	0,71	9,91
900	15,43	0,41	7,01	2,21	10	6	16	13,13	2,00	13,59	1,21	50	10	60	1,70	7,71	0,70	10,01
1000	16,04	0,84	7,21	2,30	5	0	5	12,89	2,09	0,00	0,00	25	0	25	1,61	8,02	0,79	9,12
1100	17,63	0,54	6,57	2,53	9	3	12	16,09	1,41	17,08	0,42	45	5	50	1,83	8,81	0,65	10,06
1200	18,57	0,85	6,45	2,66	10	3	13	16,52	1,34	16,50	1,30	50	5	55	1,78	9,29	0,69	9,34
1300	19,75	0,95	6,18	2,83	12	2	14	16,71	1,89	12,65	1,89	60	3	63	1,69	9,88	0,75	8,22
1400	19,86	0,58	6,59	2,85	12	4	16	17,08	2,18	16,43	1,07	60	7	67	1,72	9,93	0,76	8,68
1500	20,47	0,35	6,64	2,93	11	3	14	20,26	2,04	19,82	2,09	55	5	60	1,98	10,23	0,63	10,60

B.6 Tabelle 24: Indentation Messwerte aller Kräfte (300-1500mN) FG26, Luftseite, Damp-Heat-Test

Probe 26 Luft 85/85																		
1 Tag	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,79	0,25	7,20	1,26	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,40	--	--
400	10,00	0,50	7,42	1,43	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,00	--	--
500	11,54	0,50	6,96	1,65	2	1	3	11,94	0,57	13,80	0,00	10	2	12	2,07	5,77	0,45	15,44
600	12,63	0,60	6,98	1,81	5	6	11	13,61	0,83	13,09	1,02	25	10	35	2,16	6,32	0,44	15,71
700	13,73	0,49	6,89	1,97	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,86	--	--
800	14,79	0,75	6,79	2,12	2	3	5	15,85	0,16	14,20	1,49	10	5	15	2,14	7,39	0,48	14,21
900	15,88	0,34	6,62	2,28	2	3	5	18,15	0,20	17,44	0,62	10	5	15	2,29	7,94	0,44	14,91
1000	16,69	0,46	6,66	2,39	2	3	5	17,61	1,19	17,41	1,14	10	5	15	2,11	8,34	0,51	12,94
1100	17,67	0,50	6,53	2,53	3	6	9	19,21	0,92	18,98	1,41	15	10	25	2,17	8,84	0,50	13,02
1200	18,58	0,51	6,45	2,66	7	14	21	20,16	1,27	20,03	1,05	35	23	58	2,17	9,29	0,51	12,58
1300	19,35	0,65	6,44	2,77	7	4	11	19,98	1,64	21,38	0,79	35	7	42	2,07	9,67	0,56	11,44
1400	20,18	0,48	6,37	2,89	7	9	16	21,73	1,86	21,45	2,51	35	15	50	2,15	10,09	0,54	11,87
1500	20,67	0,55	6,51	2,96	9	8	17	23,15	2,06	21,95	2,35	45	13	58	2,24	10,34	0,52	12,56
3 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,25	0,44	8,17	1,18	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,13	--	--
400	10,01	0,53	7,41	1,43	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,00	--	--
500	10,60	0,44	8,25	1,52	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,30	--	--
600	12,35	0,71	7,30	1,77	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,17	--	--
700	13,69	0,56	6,93	1,96	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,85	--	--
800	13,87	0,51	7,71	1,99	1	0	1	13,80	0,00	0,00	0,00	5	0	5	1,99	6,93	0,55	13,99

Anhang

900	15,44	0,67	7,00	2,21	2	1	3	16,44	0,39	15,00	0,00	10	2	12	2,13	7,72	0,50	13,96
1000	16,39	0,57	6,90	2,35	1	6	7	16,47	0,00	16,10	1,36	5	10	15	2,01	8,19	0,56	12,35
1100	17,00	0,71	7,06	2,44	6	6	12	17,87	1,23	16,20	1,12	30	10	40	2,10	8,50	0,54	13,11
1200	17,21	0,60	7,52	2,47	4	5	9	18,96	1,32	18,41	0,78	20	8	28	2,20	8,60	0,52	14,45
1300	19,05	0,76	6,64	2,73	5	10	15	19,54	0,64	19,71	1,52	25	17	42	2,05	9,53	0,57	11,58
1400	20,05	0,56	6,46	2,88	6	5	11	19,70	1,19	18,43	3,97	30	8	38	1,96	10,03	0,62	10,43
1500	20,25	0,53	6,78	2,90	5	4	9	20,59	0,80	20,19	1,50	25	7	32	2,03	10,13	0,61	11,20

5 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,86	0,50	9,00	1,13	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,93	--	--
400	9,81	0,32	7,71	1,41	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,90	--	--
500	10,57	0,24	8,30	1,52	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,28	--	--
600	11,96	0,51	7,78	1,71	1	3	4	12,71	0,00	12,53	1,53	5	5	10	2,12	5,98	0,47	16,68
700	13,46	0,67	7,17	1,93	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,73	--	--
800	14,17	0,76	7,39	2,03	1	1	2	11,33	0,00	14,70	0,00	5	2	7	1,60	7,08	0,76	9,75
900	14,83	0,69	7,59	2,13	5	4	9	14,81	0,92	15,60	2,55	25	7	32	2,00	7,41	0,56	13,49
1000	16,11	0,50	7,15	2,31	3	1	4	15,29	1,18	15,79	0,00	15	2	17	1,90	8,05	0,61	11,64
1100	16,06	0,58	7,91	2,30	5	3	8	17,73	0,71	16,09	1,71	25	5	30	2,21	8,03	0,51	15,39
1200	16,91	0,75	7,79	2,42	3	4	7	17,98	0,55	16,19	0,71	15	7	22	2,13	8,45	0,55	14,06
1300	17,98	0,76	7,46	2,58	8	5	13	18,26	1,49	18,09	0,60	40	8	48	2,03	8,99	0,60	12,46
1400	19,55	0,48	6,79	2,80	3	6	9	19,61	0,83	18,95	1,15	15	10	25	2,01	9,78	0,61	11,18
1500	19,26	0,80	7,50	2,76	9	5	14	19,94	1,58	20,20	1,25	45	8	53	2,07	9,63	0,60	12,42

7 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,76	0,39	9,25	1,11	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,88	--	--
400	9,07	0,38	9,02	1,30	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,53	--	--

Anhang

500	9,74	0,52	9,78	1,40	1	0	1	10,93	0,00	0,00	0,00	5	0	5	2,24	4,87	0,43	22,51
600	11,22	0,31	8,84	1,61	4	0	4	10,97	1,91	0,00	0,00	20	0	20	1,96	5,61	0,55	16,22
700	12,35	0,67	8,51	1,77	4	2	6	12,74	0,59	12,48	0,36	20	3	23	2,06	6,18	0,52	16,44
800	12,53	0,79	9,46	1,80	7	3	10	13,14	1,37	13,50	0,42	35	5	40	2,10	6,26	0,54	17,64
900	14,06	0,68	8,44	2,02	3	1	4	13,84	2,06	13,58	0,00	15	2	17	1,97	7,03	0,59	14,28
1000	14,94	0,79	8,31	2,14	5	5	10	15,54	0,75	15,75	0,96	25	8	33	2,08	7,47	0,56	14,95
1100	16,59	0,90	7,41	2,38	3	5	8	16,59	1,31	15,90	0,96	15	8	23	2,00	8,30	0,59	12,62
1200	17,85	0,44	6,99	2,56	7	7	14	17,42	2,45	17,03	1,50	35	12	47	1,95	8,92	0,61	11,40
1300	18,02	0,69	7,43	2,58	8	3	11	18,08	1,72	15,49	2,90	40	5	45	2,01	9,01	0,61	12,20
1400	19,07	0,81	7,14	2,73	9	10	19	18,53	1,60	18,03	2,04	45	17	62	1,94	9,54	0,64	11,07
1500	19,96	0,74	6,99	2,86	9	8	17	19,98	1,58	19,86	1,19	45	13	58	2,00	9,98	0,62	11,20

10 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte Hv [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	7,26	0,46	10,57	1,04	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,63	--	--
400	7,97	0,60	11,69	1,14	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	3,98	--	--
500	9,74	0,51	9,77	1,40	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,87	--	--
600	10,98	0,33	9,23	1,57	1	2	3	10,96	0,00	11,12	0,06	5	3	8	2,00	5,49	0,53	17,26
700	12,14	0,62	8,80	1,74	2	2	4	12,50	0,39	12,38	0,22	10	3	13	2,06	6,07	0,52	16,80
800	13,10	0,82	8,65	1,88	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,55	--	--
900	14,21	0,80	8,27	2,04	1	2	3	15,63	0,00	14,99	0,32	5	3	8	2,20	7,10	0,50	16,64
1000	14,74	0,39	8,54	2,11	4	4	8	13,70	1,79	15,67	0,67	20	7	27	1,86	7,37	0,66	12,89
1100	15,26	0,67	8,76	2,19	1	3	4	14,49	0,00	17,04	1,10	5	5	10	1,90	7,63	0,66	13,24
1200	17,18	0,33	7,54	2,46	1	3	4	18,11	0,00	18,73	1,10	5	5	10	2,11	8,59	0,56	13,54
1300	19,43	0,67	6,39	2,79	7	10	17	18,72	1,07	17,90	1,79	35	17	52	1,93	9,71	0,62	10,24
1400	19,76	0,73	6,65	2,83	10	2	12	19,68	0,56	19,87	2,86	50	3	53	1,99	9,88	0,61	10,89
1500	20,22	0,84	6,81	2,90	7	0	7	20,64	1,73	0,00	0,00	35	0	35	2,04	10,11	0,60	11,30

Anhang

15 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,82	0,55	7,16	1,26	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,41	--	--
400	9,77	0,72	7,78	1,40	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,88	--	--
500	11,35	0,51	7,20	1,63	2	1	3	10,89	1,52	10,15	0,00	10	2	12	1,92	5,67	0,51	14,14
600	11,96	0,39	7,78	1,71	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,98	--	--
700	12,32	0,66	8,55	1,77	2	0	2	11,74	0,00	0,00	0,00	10	0	10	1,90	6,16	0,58	14,62
800	13,89	0,43	7,69	1,99	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,95	--	--
900	14,68	0,80	7,74	2,10	4	3	7	15,86	2,14	15,19	1,43	20	5	25	2,16	7,34	0,50	15,41
1000	14,49	0,74	8,83	2,08	4	0	4	17,10	3,10	0,00	0,00	20	0	20	2,36	7,24	0,47	18,91
1100	16,81	0,73	7,22	2,41	5	6	11	16,86	0,94	18,32	3,36	25	10	35	2,01	8,40	0,58	12,44
1200	17,64	0,85	7,15	2,53	1	1	2	20,00	0,00	18,11	0,00	5	2	7	2,27	8,82	0,49	14,53
1300	17,68	0,85	7,71	2,53	3	5	8	19,19	2,09	19,71	2,03	15	8	23	2,17	8,84	0,55	14,11
1400	17,80	0,77	8,20	2,55	3	6	9	19,20	1,72	19,84	2,29	15	10	25	2,16	8,90	0,57	14,37
1500	20,18	0,76	6,83	2,89	4	9	13	21,72	2,45	20,75	2,13	20	15	35	2,15	10,09	0,56	12,27

20 Tage	Durchmesser [µm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [µm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [µm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [µm ^{-1/2}]
300	8,47	0,56	7,76	1,21	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,23	--	--
400	9,75	0,48	7,80	1,40	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,88	--	--
500	10,22	0,75	8,87	1,47	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,11	--	--
600	12,58	0,53	7,03	1,80	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,29	--	--
700	13,26	0,68	7,38	1,90	2	4	6	13,48	0,00	11,79	0,84	10	7	17	2,03	6,63	0,51	14,45
800	14,77	0,57	6,80	2,12	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	7,38	--	--
900	14,96	0,49	7,46	2,14	2	0	2	15,06	0,21	0,00	0,00	10	0	10	2,01	7,48	0,55	13,47
1000	16,67	0,67	6,67	2,39	1	1	2	12,59	0,00	13,48	0,00	5	2	7	1,51	8,34	0,85	7,84
1100	17,30	0,75	6,82	2,48	3	2	5	14,76	1,88	17,22	0,32	15	3	18	1,71	8,65	0,73	9,35
1200	17,72	0,58	7,09	2,54	6	6	12	18,34	1,10	16,51	1,16	30	10	40	2,07	8,86	0,56	12,58

Anhang

1300	19,04	0,71	6,65	2,73	10	9	19	18,14	1,25	18,69	1,29	50	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [μm ^{-1/2}]
1400	19,62	0,91	6,74	2,81	7	7	14	19,52	1,64	18,65	1,09	35	35	12	47	1,99	9,81	0,61	10,99
1500	19,23	0,88	7,52	2,76	6	8	14	20,12	1,26	20,40	0,91	30	30	13	43	2,09	9,61	0,59	12,65
25 Tage	Durchmesser [μm]	Fehler	Härte H _v [GPa]	Eindringtiefe	Risse Radial [Anzahl]	Risse SecRadial [Anzahl]	Risse gesamt [Anzahl]	Risslänge Radial [μm] c	Fehler	Risslänge SecRadial [μm]	Fehler	PCI % Radialrisse	PCI % SecRadialrisse	PCI % gesamt	Br (c/a)	a (halber Durchmesser)	K _{IFT} [MPa m ^{-1/2}]	B [μm ^{-1/2}]	
300	8,22	0,87	8,23	1,18	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,11	--	--	
400	9,66	0,64	7,96	1,38	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	4,83	--	--	
500	11,09	0,72	7,54	1,59	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	5,54	--	--	
600	12,12	0,58	7,57	1,74	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,06	--	--	
700	13,20	0,72	7,45	1,89	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	6,60	--	--	
800	13,89	1,24	7,69	1,99	1	0	1	12,52	0,00	0,00	0,00	5	0	5	1,80	6,95	0,64	12,02	
900	14,21	0,66	8,27	2,04	4	1	5	15,33	1,14	14,32	0,00	20	2	22	2,16	7,10	0,51	16,15	
1000	16,15	0,88	7,11	2,32	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	8,08	--	--	
1100	16,40	0,97	7,59	2,35	3	0	3	16,00	2,12	0,00	0,00	15	0	15	1,95	8,20	0,61	12,39	
1200	16,53	0,65	8,14	2,37	1	0	1	18,55	0,00	0,00	0,00	5	0	5	2,24	8,27	0,52	15,75	
1300	18,78	0,90	6,84	2,69	0	0	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	9,39	--	--	
1400	19,06	1,18	7,15	2,73	5	4	9	20,01	0,82	18,77	2,35	25	7	32	2,10	9,53	0,57	12,45	
1500	18,79	1,00	7,88	2,69	9	5	14	19,53	3,32	20,72	3,07	45	8	53	2,08	9,40	0,61	12,96	

B.7 Tabelle 25 Tabelle optische Eigenschaften (Probe FG8 und FG26) (UV/Vis-Spektrometrie)

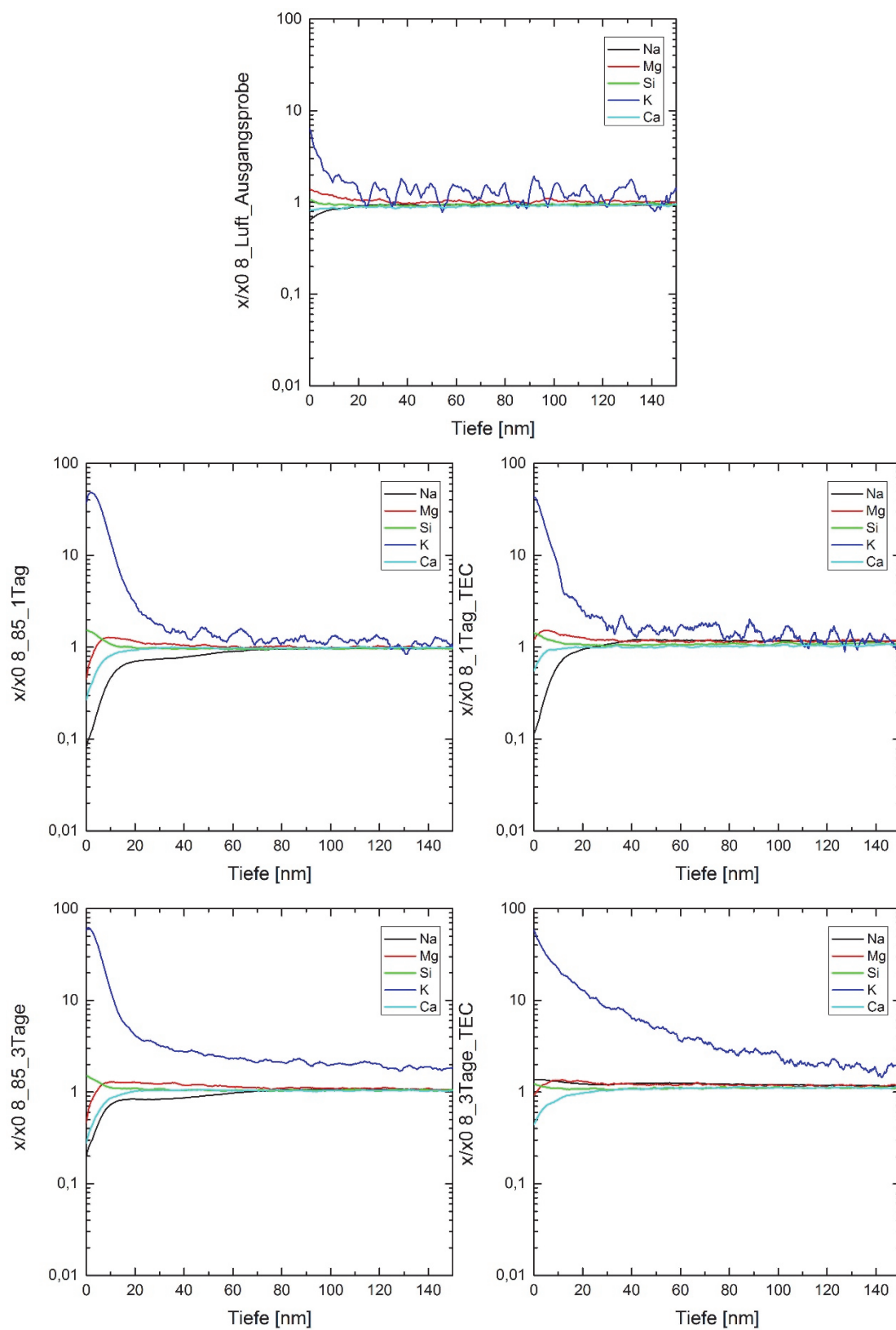
Probe FG8 Luftseite																								
ProbenNr.	Damp-Heat-Test (85/85)						zyklischer Kondensationstest (TEC)																	
	Solar Transmission (Ts)		Visible Transmission (Tv)		UV Transmission (Tuv)		Streulicht-anteil (STs)		Streulicht-anteil (STv)		Streulicht-anteil (STuv)		Solar Transmission (Ts)		Visible Transmission (Tv)		UV Transmission (Tuv)		Streulicht-anteil (STs)		Streulicht-anteil (STv)		Streulicht-anteil (STuv)	
	%		%		%		%		%		%		%		%		%		%		%		%	
Ausgangs- probe FG8	88,99	90,31	82,30		1,29		0,67		0,90				88,99	90,31	82,30		1,29		0,67		0,90			
1 Tag	88,73	90,09	81,65		1,53		1,96		0,98				89,33	90,56	83,68		1,95		0,41		0,52			
3 Tage	88,68	90,03	81,66		1,34		1,56		0,78				88,38	89,72	81,69		1,90		1,25		1,51			
5 Tage	88,73	90,09	81,68		1,46		1,86		0,93				90,25	91,39	85,42		2,35		1,09		1,60			
7 Tage	88,79	90,06	81,91		1,47		0,95		1,72				89,45	90,56	84,59		2,10		2,42		2,35			
10 Tage	88,75	90,06	81,92		1,30		0,72		1,12				87,00	86,13	79,77		3,28		4,84		5,43			
15 Tage	88,61	89,67	81,62		1,53		1,00		1,39				87,24	86,59	80,23		4,03		4,65		3,55			
20 Tage	88,35	89,17	81,13		2,43		1,54		2,22				88,60	89,72	82,82		3,68		4,25		3,38			
25 Tage	88,25	89,44	81,53		3,86		3,06		4,24				87,14	85,60	79,85		5,14		5,80		6,35			

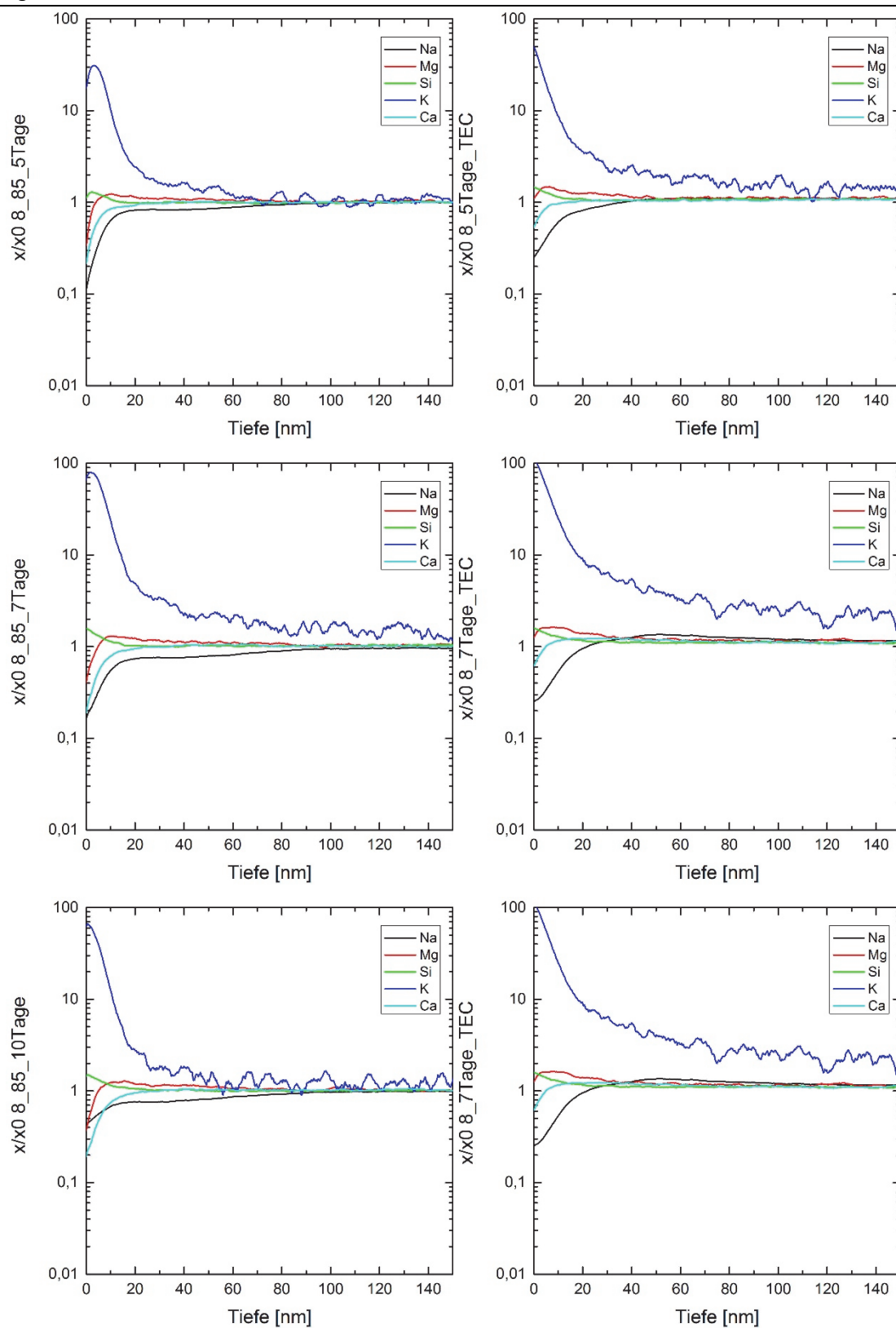
Probe FG26 Luftseite																								
ProbenNr.	Damp-Heat-Test (85/85)						zyklischer Kondensationstest (TEC)																	
	Solar		Visible		UV		Streulicht-anteil (STs)		Streulicht-anteil (STv)		Streulicht-anteil (STuv)		Solar		Visible		UV		Streulicht-anteil (STs)		Streulicht-anteil (STv)		Streulicht-anteil (STuv)	
	Transmission (Ts)	%	Transmission (Tv)	%	Transmission (Tuv)	%	Transmission (Ts)	%	Transmission (Tv)	%	Transmission (Tuv)	%	Transmission (Ts)	%	Transmission (Tv)	%	Transmission (Tuv)	%	Transmission (Ts)	%	Transmission (Tv)	%	Transmission (Tuv)	%
Ausgangs- probe FG26	90,20		91,00		81,22		1,17		0,76		0,69		90,20		91,00		81,22		0,93		0,96		0,89	
1 Tag	90,06		90,90		82,55		1,36		0,79		1,33		90,04		90,65		84,25		3,77		4,38		3,95	
3 Tage	90,11		90,96		82,77		1,60		1,08		1,97		89,79		90,60		82,61		5,52		7,00		6,31	
5 Tage	90,09		90,93		82,79		1,83		1,37		2,63		90,10		90,74		85,76		5,25		7,14		6,44	
7 Tage	90,09		90,81		82,95		2,11		1,66		3,01		90,21		91,03		83,45		3,92		1,92		5,92	
10 Tage	90,21		90,97		83,15		1,51		0,95		1,58		88,30		88,93		81,01		2,70		1,77		3,62	
15 Tage	90,27		91,12		83,35		1,62		1,06		1,85		89,68		90,44		82,31		6,46		3,33		9,60	
20 Tage	90,37		91,21		83,48		2,17		1,21		2,06		88,41		88,43		81,32		4,82		2,42		7,22	
25 Tage	90,32		91,33		83,17		4,12		3,26		4,54		89,82		90,70		83,07		4,35		2,19		6,51	

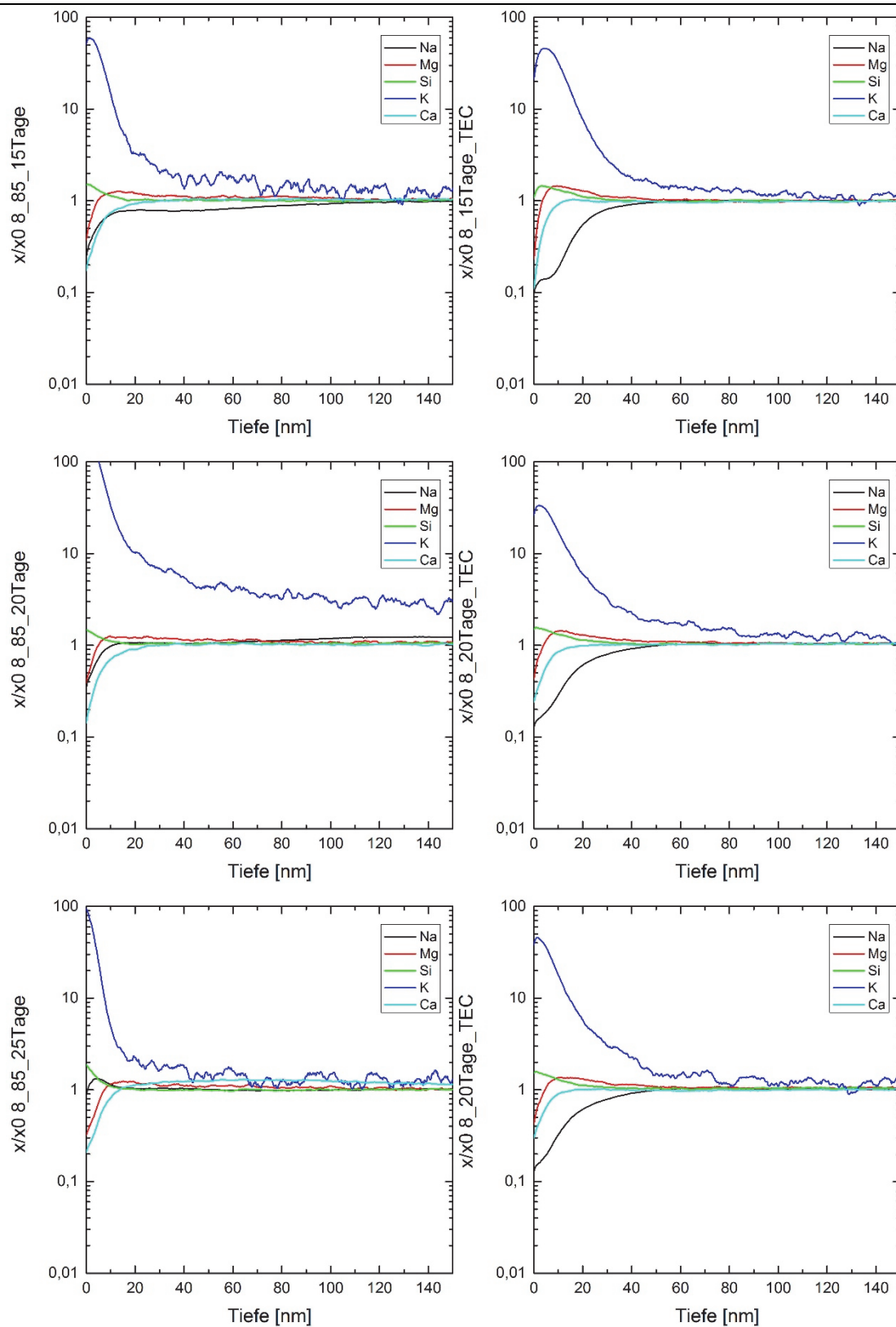
B.8 Tabelle 26: chemische Auslaugung Klimaexperimente (Probe FG8 und FG26) (SNMS)

Probe FG8 Luftseite															
ProbenNr.	Na-Laugungstiefe			Mg-Anreicherungstiefe			Si-Anreicherungstiefe			K-Anreicherungstiefe			Ca-Laugungstiefe		
	Damp-Heat-Test	zykl. Kondens. Test	nm	Damp-Heat-Test	zykl. Kondens. Test	nm	Damp-Heat-Test	zykl. Kondens. Test	nm	Damp-Heat-Test	zykl. Kondens. Test	nm	Damp-Heat-Test	zykl. Kondens. Test	
Ausgangssprobe FG8	34,32	34,32		43,00	43,00		29,30	29,30		30,00	30,00		15,60	15,60	
1 Tag	76,44	24,20		56,78	35,32		18,40	29,15		67,70	33,59		34,95	16,55	
3 Tage	64,89	28,12		65,20	30,58		25,00	30,85		155,00	142,70		19,00	22,93	
5 Tage	105,76	36,31		62,40	51,60		15,00	16,40		70,00	113,30		35,25	14,75	
7 Tage	94,00	44,00		86,27	35,75		18,84	25,74		120,00	118,70		24,00	17,70	
10 Tage	95,00	61,78		51,00	51,79		28,12	22,78		56,80	60,53		26,50	15,60	
15 Tage	119,80	61,50		65,25	50,55		17,50	37,13		72,00	107,30		30,00	22,46	
20 Tage	116,00	51,71		42,64	78,75		18,00	44,28		160,00	87,20		28,60	23,66	
25 Tage	72,93	52,11		30,00	53,98		21,50	43,68		43,68	50,50		31,40	17,16	

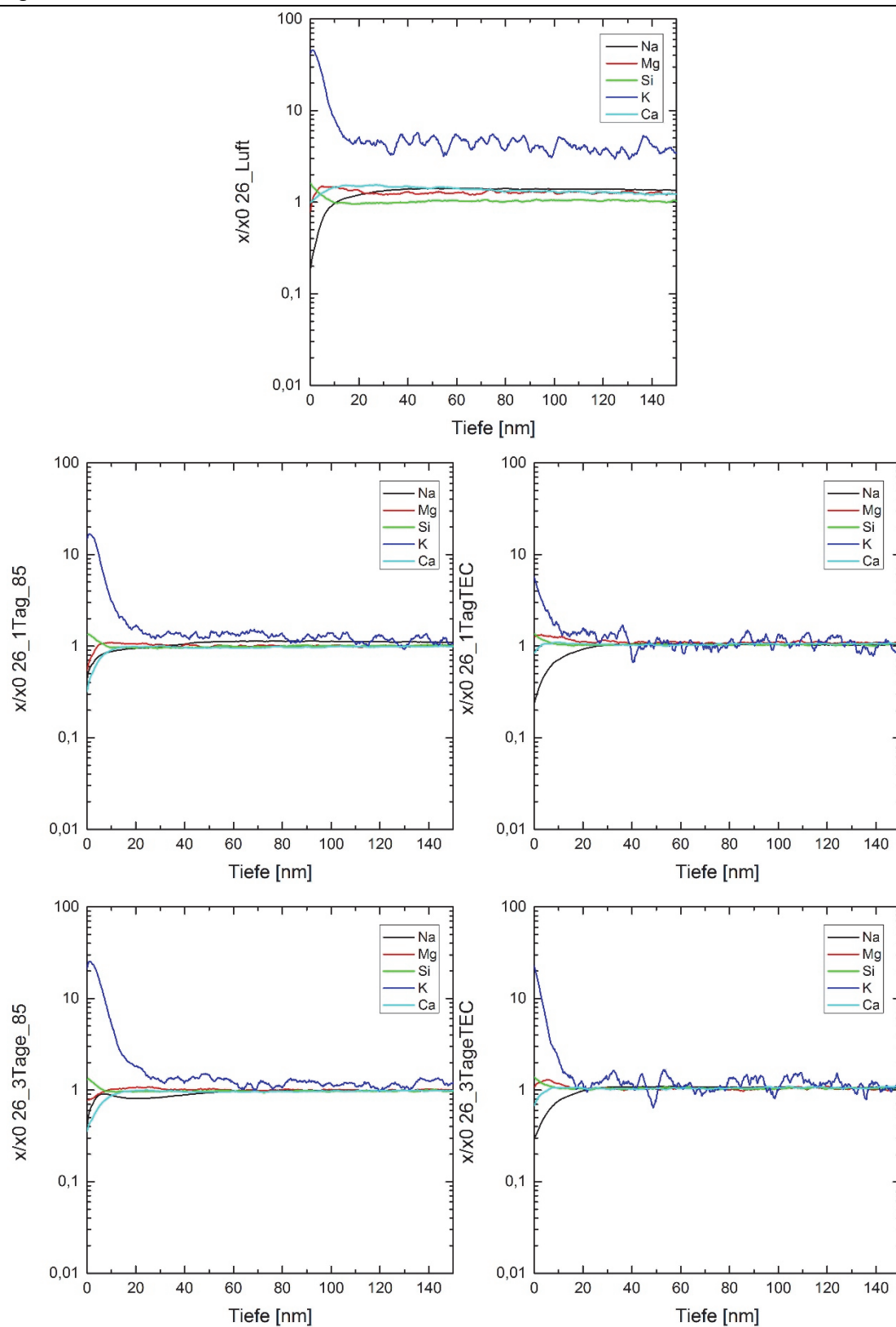
Probe FG26 Luftseite															
ProbenNr.	Na-Laugungstiefe			Mg-Anreicherungsstiefe			Si-Anreicherungsstiefe			K-Anreicherungsstiefe			Ca-Laugungstiefe		
	Damp-Heat-Test	zykl. Kondens. Test	nm	Damp-Heat-Test	zykl. Kondens. Test	nm	Damp-Heat-Test	zykl. Kondens. Test	nm	Damp-Heat-Test	zykl. Kondens. Test	nm	Damp-Heat-Test	zykl. Kondens. Test	
Ausgangssprobe FG8	21,53	21,53		30,00	30,00		14,65	14,65		17,00	17,00		13,00	13,00	
1 Tag	49,00	25,74		26,90	18,98		10,12	16,12		27,50	40,00		18,24	19,24	
3 Tage	64,64	21,50		37,00	16,30		14,00	10,62		31,50	18,00		24,30	20,00	
5 Tage	72,35	29,64		41,26	25,20		14,65	9,40		38,00	62,00		50,00	10,90	
7 Tage	72,95	26,30		40,70	21,00		9,87	16,65		52,00	17,00		24,80	23,66	
10 Tage	65,15	39,46		42,45	26,00		47,80	13,44		48,00	17,50		47,00	21,16	
15 Tage	74,40	43,00		30,50	34,90		26,60	8,60		58,30	28,30		27,20	14,60	
20 Tage	104,65	38,60		42,75	21,45		31,70	13,73		140,00	18,60		43,00	26,30	
25 Tage	108,50	36,90		67,87	28,60		47,50	17,50		46,00	26,90		27,00	32,90	

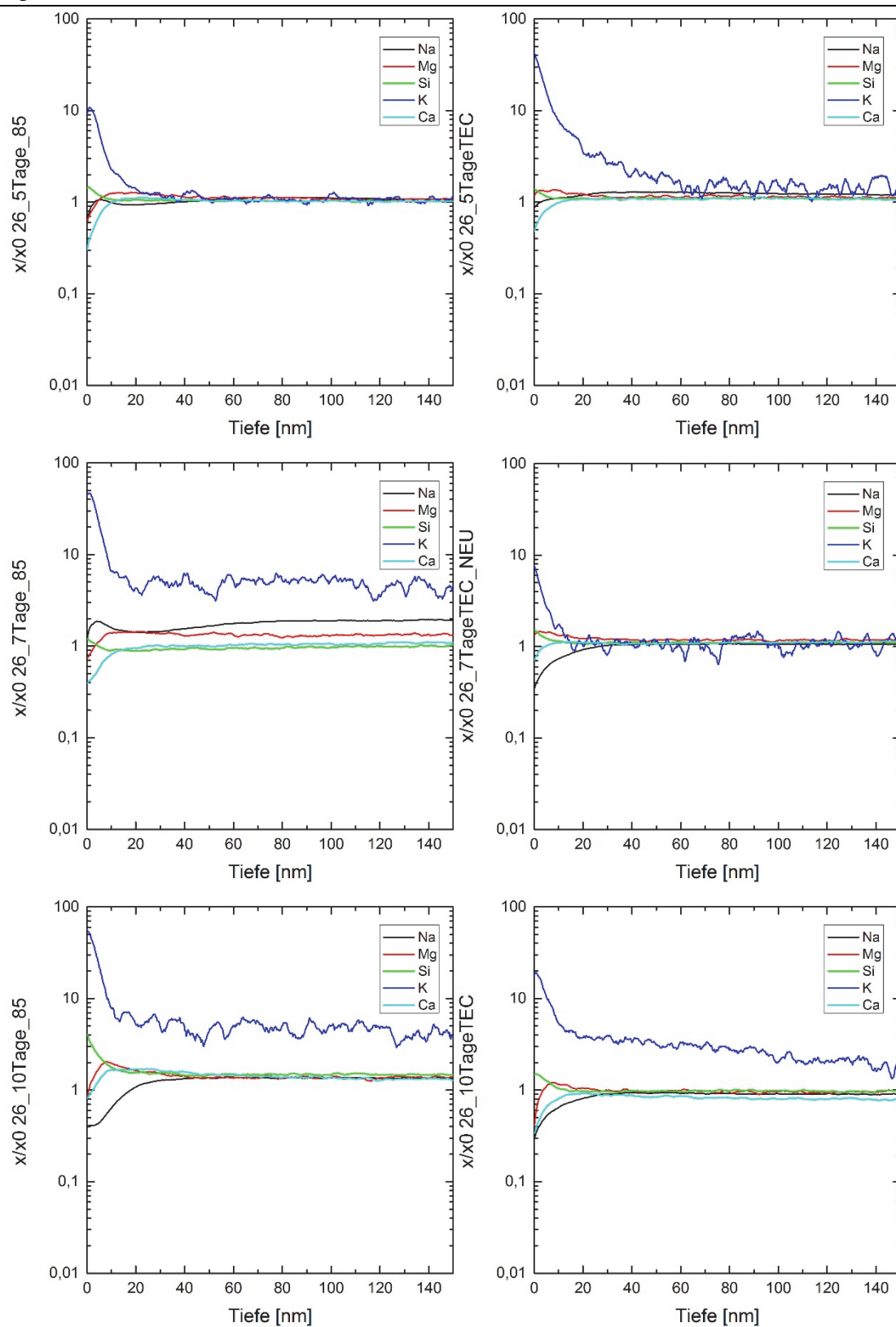


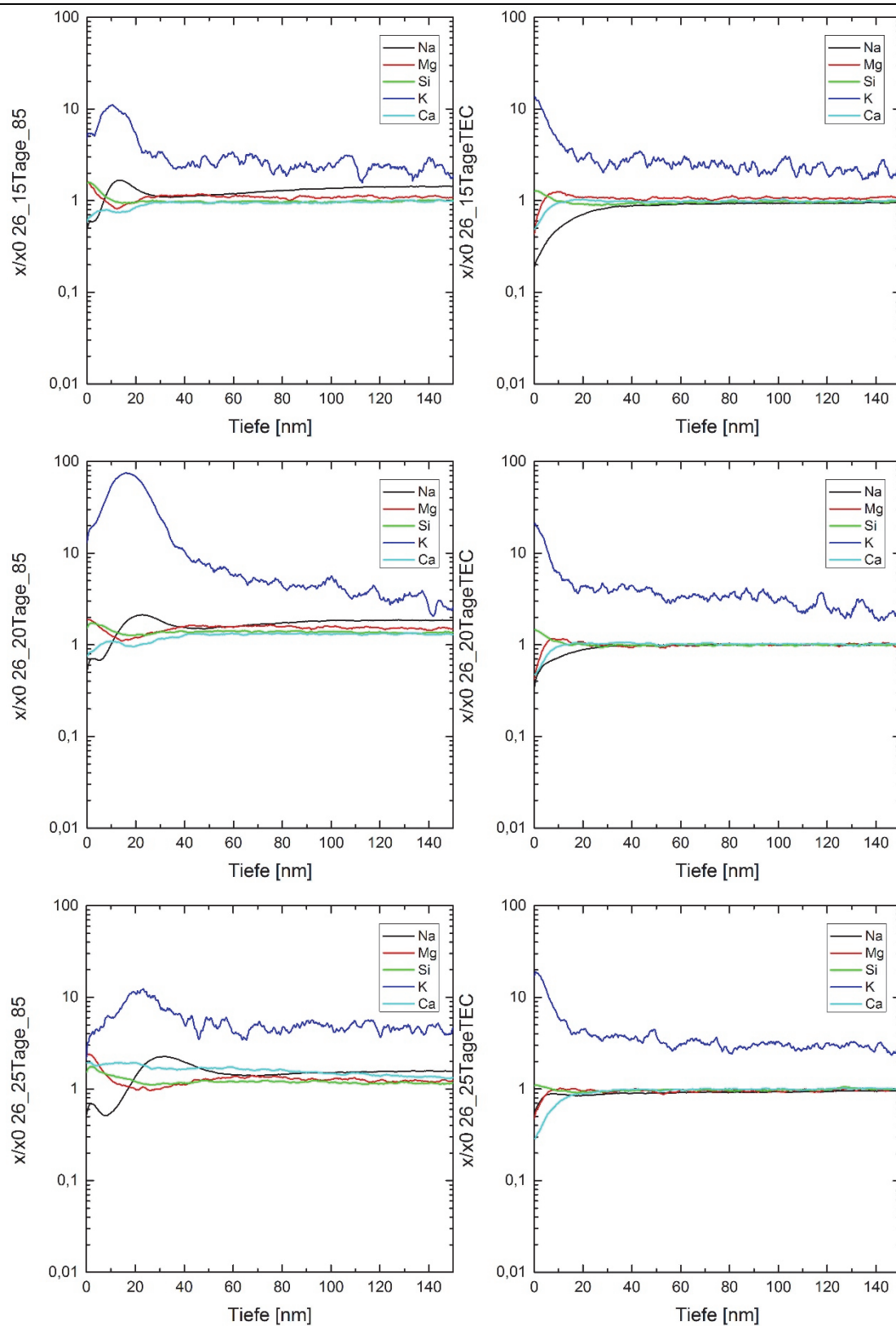




B.9 Abbildung 131: Luftseite Probe FG8 im Verlauf der Experimente im Klimaschrank über eine Dauer von 25 Tagen. Ganz oben: Ausgangsprobe FG8 vor der experimentellen Behandlung, linke Spalte: FG8 während des Damp-Heat-Tests (85/85), rechte Spalte: FG8 während des zyklischen Kondensations-tests (TEC).







B.10 tabelle 132: Luftseite der Probe FG26 im Verlauf der Experimente im Klimaschrank über eine Dauer von 25 Tagen. Ganz oben: Ausgangsprobe FG26 vor der experimentellen Behandlung, linke Spalte: FG26 während des Damp-Heat-Tests (85/85), rechte Spalte: FG26 während des zyklischen Kondensationstests (TEC).

C Tabellen und weitere Daten der Langzeitexperimente

C.1 Tabelle 27: Gewichtsveränderung der Proben nach dem Langzeitversuch im Vergleich zum Ausgangsgewicht vor der Einlagerung

Temperatur	Probe FG1									
	Messung direkt nach Probenentnahme (500 Tage in Lösung)					Messung nach Ultraschallreinigung und 3 Monaten Trocknungszeit				
	deion. Wasser	Fehler	Meerwasser	Fehler	Sulfatlösung	Fehler	deion. Wasser	Fehler	Meerwasser	Fehler
4 °C	[%]	±	[%]	±	[%]	±	[%]	±	[%]	±
20 °C	-0,02	0,04	0,02	0,04	0,01	0,04	0,00	0,04	-0,01	0,04
60 °C	0,00	0,04	0,00	0,04	0,00	0,04	0,02	0,04	0,01	0,04
85 °C	0,16	0,04	0,45	0,04	-0,25	0,04	-0,70	0,04	-0,68	0,04
105 °C	-0,34	0,04	-0,01	0,05	-0,35	0,04	-0,49	0,04	-0,16	0,04
	--	--	0,54	0,11	--	--	--	--	-0,89	0,11

Temperatur	Probe FG8									
	Messung direkt nach Probenentnahme (500 Tage in Lösung)					Messung nach Ultraschallreinigung und 3 Monaten Trocknungszeit				
	deion. Wasser	Fehler	Meerwasser	Fehler	Sulfatlösung	Fehler	deion. Wasser	Fehler	Meerwasser	Fehler
4 °C	[%]	±	[%]	±	[%]	±	[%]	±	[%]	±
20 °C	0,03	0,04	0,00	0,04	-0,06	0,04	0,01	0,04	-0,02	0,04
60 °C	0,02	0,04	0,00	0,04	0,00	0,04	0,00	0,04	-0,05	0,04
85 °C	-0,16	0,04	0,50	0,04	-0,17	0,04	-0,77	0,04	-0,95	0,04
105 °C	-0,01	0,04	0,70	0,05	-0,43	0,04	-0,15	0,04	-0,36	0,04
	--	--	2,59	0,06	--	--	--	--	-0,54	0,11

Probe FG9

Temperatur	Messung direkt nach Probenentnahme (500 Tage in Lösung)						Messung nach Ultraschallreinigung und 3 Monaten Trocknungszeit					
	deion. Wasser	Fehler	Meerwasser	Fehler	Sulfatlösung	Fehler	deion. Wasser	Fehler	Meerwasser	Fehler	Sulfatlösung	Fehler
	[%]	±	[%]	±	[%]	±	[%]	±	[%]	±	[%]	±
4 °C	-0,05	0,04	0,01	0,04	0,00	0,04	-0,04	0,04	-0,01	0,04	0,02	0,04
20 °C	0,00	0,04	0,06	0,04	0,00	0,04	0,02	0,04	0,04	0,04	-0,05	0,04
60 °C	-0,23	0,04	2,15	0,04	-0,16	0,04	-0,29	0,04	-3,77	0,04	-0,28	0,04
85 °C	0,82	0,04	0,69	0,04	-3,04	0,04	-4,71	0,04	-1,11	0,04	-5,76	0,04
105 °C	--	--	1,84	0,12	--	--	--	--	-0,15	0,12	--	--

Probe FG10

Temperatur	Messung direkt nach Probenentnahme (500 Tage in Lösung)						Messung nach Ultraschallreinigung und 3 Monaten Trocknungszeit					
	deion. Wasser	Fehler	Meerwasser	Fehler	Sulfatlösung	Fehler	deion. Wasser	Fehler	Meerwasser	Fehler	Sulfatlösung	Fehler
	[%]	±	[%]	±	[%]	±	[%]	±	[%]	±	[%]	±
4 °C	-0,04	0,04	-0,01	0,04	-0,10	0,04	-0,03	0,04	-0,02	0,04	-0,11	0,04
20 °C	-0,11	0,06	0,09	0,05	-0,04	0,03	-0,06	0,06	0,02	0,05	-0,03	0,03
60 °C	-0,40	0,04	3,17	0,04	-0,29	0,05	-0,82	0,04	-5,71	0,04	-0,48	0,05
85 °C	-0,46	0,06	-0,43	0,07	-0,43	0,05	-0,59	0,06	-0,60	0,07	-0,53	0,05
105 °C	--	--	0,38	0,15	--	--	--	--	-0,18	0,15	--	--

C.2 Tabelle 28: Verhältnis der Glasoberfläche zum Lösungsvolumen SA/V im Langzeitversuch.

Temperatur	SA/V Probe FG1					SA/V Probe FG8				
	deion. Wasser [cm ⁻¹]	Fehler ±	Meerwasser [cm ⁻¹]	Fehler ±	Sulfatlösung [cm ⁻¹]	Fehler ±	deion. Wasser [cm ⁻¹]	Fehler ±	Meerwasser [cm ⁻¹]	Fehler ±
4 °C	0,20	0,02	0,18	0,02	0,17	0,02	0,23	0,02	0,19	0,02
20 °C	0,23	0,02	0,20	0,02	0,14	0,02	0,20	0,02	0,20	0,02
60 °C	0,19	0,07	0,17	0,07	0,13	0,07	0,16	0,07	0,17	0,07
85 °C	0,35	0,07	0,24	0,07	0,25	0,07	0,26	0,07	0,23	0,07
105 °C	-	-	0,20	0,02	-	-	-	-	0,17	0,02

Temperatur	SA/V Probe FG9					SA/V Probe FG10				
	deion. Wasser [cm ⁻¹]	Fehler ±	Meerwasser [cm ⁻¹]	Fehler ±	Sulfatlösung [cm ⁻¹]	Fehler ±	deion. Wasser [cm ⁻¹]	Fehler ±	Meerwasser [cm ⁻¹]	Fehler ±
4 °C	0,23	0,02	0,19	0,02	0,26	0,02	0,26	0,02	0,24	0,02
20 °C	0,24	0,02	0,23	0,02	0,25	0,02	0,22	0,02	0,20	0,02
60 °C	0,23	0,07	0,21	0,07	0,22	0,07	0,22	0,07	0,22	0,07
85 °C	0,17	0,07	0,25	0,07	0,22	0,07	0,33	0,07	0,33	0,07
105 °C	-	-	0,71	0,02	-	-	-	-	0,62	0,02

C.3 Tabelle 29: pH-Werte der Lösungen im Langzeitversuch nach Entnahme der Proben.

Temperatur	Probe FG1				Probe FG8				Probe FG9				Probe FG10			
	deion. Wasser	Sulfatlösung	Meerwasser	deion. Wasser	Sulfatlösung	Meerwasser	deion. Wasser	Sulfatlösung	Meerwasser	deion. Wasser	Sulfatlösung	Meerwasser	deion. Wasser	Sulfatlösung	Meerwasser	deion. Wasser
	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]
Blindprobe	5,90	5,90	7,50	5,90	5,90	7,50	5,90	5,90	7,50	5,90	5,90	7,50	5,90	5,90	7,50	5,90
4 °C	6,10	6,40	7,50	5,90	6,40	7,60	5,80	5,90	7,60	5,80	5,90	7,60	6,20	6,20	7,70	6,20
20 °C	7,00	6,70	7,90	6,80	6,70	7,90	6,70	6,70	7,90	6,70	6,70	7,90	6,80	6,90	7,90	6,80
60 °C	9,80	9,50	7,10	8,90	9,20	6,90	9,30	9,30	7,10	9,30	9,30	7,10	10,00	9,40	7,30	10,00
85 °C	9,70	9,20	6,70	8,40	9,10	6,60	9,70	10,30	7,00	9,70	10,30	7,00	9,20	9,20	6,70	9,20
105 °C	--	--	5,40	--	--	5,50	--	--	5,70	--	--	5,70	--	--	5,80	--

C.4 Tabelle 30: gelöste Ionen in den Lösungen des Langzeitversuchs nach Entnahme der Proben.

Temperatur	Probe FG1							Probe FG1						
	deion. Wasser							Meerwasser						
	Na	Mg	Ca	Si	K	SO ₄		Na	Mg	Ca	Si	K	SO ₄	
	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]
Blindprobe	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	439,57	820,26	306,73	0,74	352,15	1224,00	139,44	0,00
4	0,02	0,01	0,03	0,73	0,02	2,00	365,42	872,92	268,77	2,05	309,93	1494,00	135,36	0,04
20	0,07	0,02	0,05	0,99	0,00	2,38	371,59	875,09	269,16	11,08	308,27	1556,00	145,64	0,14
60	21,86	0,23	7,53	190,30	0,06	24,67	356,99	811,42	306,54	24,82	305,06	1654,00	154,23	3,92
85	25,38	0,04	1,52	95,58	0,22	7,07	350,89	830,81	320,50	32,49	320,39	1416,00	143,55	0,69
105	--	--	--	--	--	--	434,81	782,80	407,15	90,98	381,73	1339,00	--	--

Probe FG8

Temperatur	deion. Wasser						Meerwasser						Sulfatlösung					
	Na	Mg	Ca	Si	K	SO ₄	Na	Mg	Ca	Si	K	SO ₄	Na	Mg	Ca	Si	K	SO ₄
	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]
Blindprobe	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	439,57	820,26	306,73	0,30	352,15	1224,00	139,44	0,00	0,00	0,24	0,15	2130,00
4	0,03	0,01	0,04	0,43	0,27	2,14	367,70	882,23	274,31	0,46	316,31	1521,00	133,37	0,00	0,04	0,18	0,15	2235,00
20	0,10	0,02	0,10	0,80	0,02	2,52	366,11	873,91	267,15	2,40	308,48	1583,00	145,56	0,10	0,26	1,82	0,03	2021,00
60	3,93	1,33	4,78	64,66	0,02	5,63	436,83	770,59	338,25	46,59	350,43	1215,00	156,26	0,30	8,13	94,73	0,10	2018,00
85	5,44	0,08	7,58	44,11	0,02	2,85	355,42	806,08	290,60	36,28	302,15	1409,00	144,35	0,21	16,06	66,61	0,05	2015,00
105							441,77	772,09	398,92	15,86	374,95	1328,00						

Probe FG9

Temperatur	deion. Wasser						Meerwasser						Sulfatlösung						
	Na	Mg	Ca	Si	K	SO ₄	Na	Mg	Ca	Si	K	SO ₄	Na	Mg	Ca	Si	K	SO ₄	
	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]
Blindprobe	0,00	0,00	0,00	0,08	0,00	0,00	439,57	820,26	306,73	0,74	352,15	1224,00	139,44	0,00	0,00	0,24	0,15	2130,00	
4	0,02	0,00	0,00	0,37	0,03	1,96	361,13	872,96	268,30	1,82	308,82	1524,00	133,44	0,00	0,05	0,23	0,41	2262,00	
20	0,35	0,01	0,14	1,04	0,01	5,61	362,76	871,76	265,96	5,61	305,73	1580,00	144,67	0,04	0,28	1,87	0,10	2037,00	
60	11,41	1,51	4,20	116,48	0,37	10,38	453,53	761,82	360,85	42,67	354,50	1250,00	156,89	0,42	5,53	112,88	0,60	1988,00	
85	52,70	0,62	5,79	458,77	1,30	10,45	357,19	817,08	297,47	24,98	320,65	1493,00	190,91	1,36	12,19	445,39	1,50	1833,00	
105							444,75	816,46	464,89	83,00	422,48	1460,00							

Probe FG10

Temperatur	deion. Wasser						Meerwasser						Sulfatlösung						
	Na	Mg	Ca	Si	K	SO ₄	Na	Mg	Ca	Si	K	SO ₄	Na	Mg	Ca	Si	K	SO ₄	
	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]	[mg/l]
Blindprobe	0,00	0,00	0,00	0,08	0,00	0,00	439,57	820,26	306,73	0,74	352,15	1224,00	139,44	0,00	0,00	0,24	0,15	2130,00	
4	0,04	0,01	0,07	0,32	0,04	2,14	363,38	869,43	267,52	4,86	307,18	1528,00	134,25	0,01	0,18	0,61	0,20	2277,00	
20	0,06	0,03	0,07	1,25	0,00	2,32	356,10	886,67	275,82	9,97	315,73	1593,00	144,17	0,12	0,68	3,37	0,05	2019,00	
60	30,10	0,37	8,63	243,96	0,11	48,51	469,79	717,79	373,23	34,54	350,48	1277,00	144,13	0,10	5,78	143,45	0,20	2016,00	
85	12,72	0,07	3,04	77,37	0,07	6,15	358,09	782,21	326,32	28,38	310,91	1493,00	153,14	0,20	11,99	65,94	0,02	2101,00	
105							437,87	798,59	464,43	73,27	422,82	1479,00							

C.5 Tabelle 31 Rissbildung und mechanische Eigenschaften FG1 im Langzeitexperiment

Probe FG1 Luftseite Dampfzone																
deionisiertes Wasser									Meerwasser				Sulfatlösung			
Temperatur	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt
	[Anzahl]	%	%	%	[Anzahl]	%	%	%	[Anzahl]	%	%	%	[Anzahl]	%	%	%
FG1	54	80,56	23,15	51,85	54	80,56	23,15	51,85	54	80,56	23,15	51,85	54	80,56	23,15	51,85
4 °C	52	94,44	16,67	55,56	39	77,78	10,19	43,99	44	77,78	14,81	46,30	44	77,78	14,81	46,30
20 °C	35	66,67	10,19	38,43	38	58,33	15,74	37,04	39	75,00	11,11	43,06	39	75,00	11,11	43,06
60 °C	31	50,00	12,04	31,02	43	69,44	16,67	43,06	44	72,22	16,67	44,44	44	72,22	16,67	44,44
85 °C	39	77,78	10,19	43,98	29	63,89	5,56	34,72	52	75,00	23,15	49,07	52	75,00	23,15	49,07

Probe FG1 Luftseite Lösungszone																
deionisiertes Wasser									Sulfatlösung							
Temperatur	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt
	[Anzahl]	%	%	%	[Anzahl]	%	%	%	[Anzahl]	%	%	%	[Anzahl]	%	%	%
FG1	54	80,56	23,15	51,85	54	80,56	23,15	51,85	54	80,56	23,15	51,85	54	80,56	23,15	51,85
4 °C	42	77,78	12,96	45,37	49	80,56	18,52	49,54	44	77,78	14,81	46,30	44	77,78	14,81	46,30
20 °C	40	66,67	14,81	40,74	34	80,56	4,63	42,59	35	75,00	7,41	41,20	35	75,00	7,41	41,20
60 °C	37	63,89	12,96	38,43	0	0,00	0,00	0,00	17	27,78	6,48	17,13	17	27,78	6,48	17,13
85 °C	49	83,33	17,59	50,46	0	0,00	0,00	0,00	0	0,00	0,00	0,00	0	0,00	0,00	0,00
105 °C	-	-	-	-	30	83,33	0,00	41,67	-	-	-	-	-	-	-	-

Probe FG1 Luftseite Dampfzone																
deionisiertes Wasser									Sulfatlösung							
Temperatur	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	Br (c/a)	KIFT	B
	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}
FG1	6,12	2,59	0,66	9,52	6,12	2,59	0,66	9,52	6,12	2,59	0,66	9,52	6,12	2,59	0,66	9,52

Anhang

4 °C	6,06	2,63	0,64	9,56	6,22	2,69	0,62	10,08	6,67	2,61	0,66	10,07
20 °C	6,10	2,49	0,70	8,74	5,82	2,44	0,71	8,29	6,31	2,58	0,67	9,65
60 °C	6,04	2,44	0,72	8,48	7,62	2,88	0,60	13,13	6,32	2,59	0,67	9,70
85 °C	5,11	2,72	0,59	8,81	4,52	2,83	0,56	8,53	5,74	2,55	0,66	8,75

Probe FG1 Luftseite Lösungszone

Temperatur	deionisiertes Wasser				Meerwasser				Sulfatlösung			
	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	Br (c/a)	KIFT	B
	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}
FG1	6,12	2,59	0,66	9,52	6,12	2,59	0,66	9,52	6,12	2,59	0,66	9,52
4 °C	6,11	2,57	0,66	9,20	6,29	2,55	0,68	9,41	6,55	2,70	0,63	10,51
20 °C	5,74	2,52	0,67	8,57	5,79	2,56	0,66	8,86	6,57	2,58	0,67	9,80
60 °C	4,47	2,40	0,69	6,63	2,20	na	na	na	3,63	0,91	0,61	5,26
85 °C	4,29	2,80	0,55	8,15	2,80	na	na	na	5,91	na	na	na
105 °C	-	-	-	-	7,22	2,90	0,65	13,11	-	-	-	-

C.6 Tabelle 32 Rissbildung und mechanische Eigenschaften FG8 im Langzeitexperiment

deionisiertes Wasser										Meerwasser						Sulfatlösung								
Temperatur	Risse gesamt			PCI Radial			PCI SecRadial			PCI gesamt			Risse gesamt			PCI Radial			PCI SecRadial			PCI gesamt		
	[Anzahl]	%		%			%			%			[Anzahl]	%		%			[Anzahl]	%		%		
FG8	51	69,44	24,07	46,76	51	69,44	24,07	46,76	51	69,44	24,07	46,76	51	69,44	24,07	46,76	51	69,44	24,07	46,76	51	69,44	24,07	46,76
4 °C	43	58,33	20,37	39,35	35	72,22	8,33	40,28	39	72,22	8,33	40,28	39	72,22	8,33	40,28	39	66,67	13,89	40,28	39	66,67	13,89	40,28
20 °C	33	50,00	13,89	31,94	38	72,22	11,11	41,67	28	72,22	11,11	41,67	28	72,22	11,11	41,67	28	44,44	11,11	27,78	28	44,44	11,11	27,78
60 °C	32	44,44	14,81	29,63	43	69,44	16,67	43,06	47	69,44	16,67	43,06	47	77,78	17,59	47,69	47	77,78	17,59	47,69	47	77,78	17,59	47,69
85 °C	31	38,89	15,74	27,31	23	25,00	7,41	16,20	29	44,44	12,04	28,24	29	44,44	12,04	28,24	29	44,44	12,04	28,24	29	44,44	12,04	28,24

Probe FG8 Luftseite Lösungszone

S																	
deionisiertes Wasser						Meerwasser						Sulfatlösung					
Temperatur	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt	
	[Anzahl]	%	%	%	[Anzahl]	%	%	%	[Anzahl]	%	%	%	[Anzahl]	%	%	%	
FG8	51	69,44	24,07	46,76	51	69,44	24,07	46,76	51	69,44	24,07	46,76	51	69,44	24,07	46,76	
4 °C	40	66,67	14,81	40,74	34	58,33	12,04	35,19	44	69,44	17,59	43,52	44	69,44	17,59	43,52	
20 °C	36	66,67	11,11	38,89	39	77,78	10,19	43,98	36	72,22	9,26	40,74	36	72,22	9,26	40,74	
60 °C	48	72,22	20,37	46,30	36	66,67	11,11	38,89	0	0,00	0,00	0,00	0	0,00	0,00	0,00	
85 °C	32	47,22	13,89	30,56	17	44,44	12,04	28,24	38	72,22	11,11	41,67	38	72,22	11,11	41,67	
105 °C	-	-	-	-	27	63,89	3,70	33,80	-	-	-	-	-	-	-	-	

Probe FG8 Luftseite Dampfzone

		deionisiertes Wasser				Meerwasser				Sulfatlösung			
Temperatur		Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	Br (c/a)	KIFT	B
		HV [GPa]			$\mu\text{m}^{-1/2}$	HV [GPa]			$\mu\text{m}^{-1/2}$	HV [GPa]			$\mu\text{m}^{-1/2}$
FG8		5,85	2,58	0,66	9,08	5,85	2,58	0,66	9,08	5,85	2,58	0,66	9,08

Anhang

4 °C	6,19	2,18	0,90	7,75	7,04	2,48	0,73	9,72	6,02	2,55	0,67	9,07
20 °C	6,22	2,63	0,65	9,58	6,14	2,64	0,64	9,62	6,08	1,47	0,92	6,60
60 °C	5,56	1,63	0,76	7,15	5,74	2,50	0,68	8,38	5,32	2,45	0,69	7,69
85 °C	8,70	1,50	0,98	9,50	6,21	1,88	0,57	10,72	7,57	2,16	0,91	8,32

Probe FG8 Luftseite Lösungszone

Temperatur	deionisiertes Wasser				Meerwasser				Sulfatlösung			
	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	Br (c/a)	KIFT	B
	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}
FG8	5,85	2,58	0,66	9,08	5,85	2,58	0,66	9,08	5,85	2,58	0,66	9,08
4 °C	6,38	2,46	0,72	8,96	6,88	2,10	0,93	7,56	6,04	2,50	0,69	8,84
20 °C	6,28	2,65	0,64	9,89	6,25	2,67	0,63	9,94	5,85	2,52	0,68	8,59
60 °C	6,01	2,60	0,65	9,29	5,89	2,65	0,63	9,41	3,25	na	na	na
85 °C	6,11	2,46	0,72	9,19	5,49	2,16	0,91	8,32	5,29	1,91	1,03	5,50
105 °C	-	-	-	-	2,83	2,60	0,54	5,25	-	-	-	-

C.7 Tabelle 33 Rissbildung und mechanische Eigenschaften FG9 im Langzeitexperiment

Probe FG9 Luftseite Dampfzone														
deionisiertes Wasser					Meerwasser					Sulfatlösung				
Temperatur	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt	Risse gesamt	PCI gesamt
	[Anzahl]	%	%	%	[Anzahl]	%	%	%	[Anzahl]	%	%	%	[Anzahl]	%
FG9	56	77,78	25,93	51,85	56	77,78	25,93	51,85	56	77,78	25,93	51,85	56	77,78
4 °C	36	69,44	10,19	39,81	39	69,44	12,96	41,20	23	44,44	6,48	25,46	23	44,44
20 °C	46	80,56	15,74	48,15	38	58,33	15,74	37,04	41	72,22	13,89	43,06	41	72,22
60 °C	36	55,56	14,81	35,19	24	38,89	9,26	24,07	18	30,56	6,48	18,52	18	30,56
85 °C	41	58,33	18,52	38,43	24	33,33	11,11	22,22	0	0,00	0,00	0,00	0	0,00

Probe FG9 Luftseite Lösungszone														
deionisiertes Wasser					Meerwasser					Sulfatlösung				
Temperatur	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt	Risse gesamt	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt	Risse gesamt	PCI gesamt
	[Anzahl]	%	%	%	[Anzahl]	%	%	%	[Anzahl]	%	%	%	[Anzahl]	%
FG9	56	77,78	25,93	51,85	56	77,78	25,93	51,85	56	77,78	25,93	51,85	56	77,78
4 °C	36	63,89	12,04	37,96	33	69,44	7,41	38,43	33	69,44	7,41	38,43	33	69,44
20 °C	46	72,22	18,52	45,37	42	88,89	9,26	49,07	35	69,44	9,26	39,35	35	69,44
60 °C	45	77,78	15,74	46,76	0	0,00	0,00	0,00	21	38,89	6,48	22,69	21	38,89
85 °C	35	61,11	12,04	36,57	0	0,00	0,00	0,00	0	0,00	0,00	0,00	0	0,00
105 °C	-	-	-	-	7	11,11	2,78	6,94	-	-	-	-	-	-

Probe FG9 Luftseite Dampfzone														
deionisiertes Wasser					Meerwasser					Sulfatlösung				
Temperatur	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	B
	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}	HV [GPa]	µm ^{-1/2}
FG9	5,62	2,55	0,65	8,62	5,62	2,55	0,65	8,62	5,62	2,55	0,65	8,62	5,62	8,62

Anhang

4 °C	5,83	2,65	0,62	9,44	6,61	2,43	0,73	9,26	6,47	2,57	0,68	10,03
20 °C	6,08	2,58	0,65	9,31	6,07	2,51	0,71	8,85	6,32	2,83	0,57	11,02
60 °C	6,78	2,24	0,88	8,50	6,55	1,67	1,59	5,21	6,24	1,17	1,31	5,11
85 °C	6,23	2,58	0,69	10,04	7,07	1,83	1,39	6,27	na	na	na	na

Probe FG9 Luftseite Lösungszone

Temperatur	deionisiertes Wasser				Meerwasser				Sulfatlösung			
	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	Br (c/a)	KIFT	B
	HV [GPa]		MPa m ^{-3/2}	µm ^{-1/2}	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}
FG9	5,62	2,55	0,65	8,62	5,62	2,55	0,65	8,62	5,62	2,55	0,65	8,62
4 °C	5,97	2,48	0,69	8,81	6,65	2,63	0,65	10,31	6,37	2,31	0,78	8,28
20 °C	5,79	2,62	0,63	9,17	6,22	2,67	0,62	10,01	5,79	2,65	0,62	9,35
60 °C	6,20	2,85	0,57	11,02	3,75	na	na	na	5,85	na	na	na
85 °C	7,26	2,21	0,86	8,40	3,53	na	na	na	na	na	na	na
105 °C	-	-	-	-	5,28	0,77	0,87	5,82	-	-	-	-

C.8 Tabelle 34 Rissbildung und mechanische Eigenschaften FG10 im Langzeitexperiment

Probe FG10 Luftseite Dampfzone														
deionisiertes Wasser					Meerwasser					Sulfatlösung				
Temperatur	Risse gesamt [Anzahl]	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt %	Risse gesamt [Anzahl]	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt %	Risse gesamt [Anzahl]	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt %	Risse gesamt [Anzahl]	PCI gesamt %
FG10	69	80,56	37,04	58,80	69	80,56	37,04	58,80	69	80,56	37,04	58,80	69	80,56
4 °C	33	63,89	9,26	36,57	34	63,89	10,19	37,04	35	83,33	4,63	43,98	35	83,33
20 °C	43	66,67	17,59	42,13	36	58,33	13,89	36,11	41	83,33	10,19	46,76	41	83,33
60 °C	9	13,89	3,70	8,80	37	63,89	12,96	38,43	23	52,78	3,70	28,24	23	52,78
85 °C	37	75,00	9,26	42,13	39	72,22	12,04	42,13	0	0,00	0,00	0,00	0	0,00

Probe FG10 Luftseite Lösungszone														
deionisiertes Wasser					Meerwasser					Sulfatlösung				
Temperatur	Risse gesamt [Anzahl]	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt %	Risse gesamt [Anzahl]	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt %	Risse gesamt [Anzahl]	PCI Radial	PCI SecRadial	PCI gesamt %	Risse gesamt [Anzahl]	PCI gesamt %
FG10	69	80,56	37,04	58,80	69	80,56	37,04	58,80	69	80,56	37,04	58,80	69	80,56
4 °C	27	50,00	8,33	29,17	32	50,00	12,96	31,48	37	72,22	10,19	41,20	37	72,22
20 °C	48	75,00	19,44	47,22	30	52,78	10,19	31,48	40	77,78	11,11	44,44	40	77,78
60 °C	35	61,11	12,04	36,57	34	38,89	18,52	28,70	0	0,00	0,00	0,00	0	0,00
85 °C	38	72,22	11,11	41,67	0	0,00	0,00	0,00	8	66,67	0,00	33,33	8	66,67
105 °C	-	-	-	-	0	0,00	0,00	0,00	-	-	-	-	-	-

Probe FG10 Luftseite Dampfzone														
deionisiertes Wasser					Meerwasser					Sulfatlösung				
Temperatur	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	B
HV [GPa]					HV [GPa]					HV [GPa]				
FG10	5,79	2,48	0,69	8,54	5,79	2,48	0,69	8,54	5,79	2,48	0,69	8,54	5,79	8,54

Anhang

4 °C	7,26	2,17	0,89	8,27	5,65	2,34	0,76	7,80	6,55	2,62	0,65	10,14
20 °C	5,96	2,54	0,68	8,89	6,48	2,81	0,58	11,13	7,64	2,72	0,64	11,99
60 °C	5,90	0,98	0,62	9,30	6,43	2,35	0,82	9,05	6,55	2,61	0,66	10,06
85 °C	5,38	2,50	0,66	8,22	7,31	2,56	0,74	10,89	na	2,17	na	na

Probe FG10 Luftseite Lösungszone

Temperatur	deionisiertes Wasser				Meerwasser				Sulfatlösung			
	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	Br (c/a)	KIFT	B	Härte	Br (c/a)	KIFT	B
	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}	HV [GPa]		MPa m ^{-1/2}	µm ^{-1/2}
FG10	5,79	2,48	0,69	8,54	5,79	2,48	0,69	8,54	5,79	2,48	0,69	8,54
4 °C	6,87	1,82	1,15	6,05	5,84	2,63	0,62	9,42	6,44	2,60	0,65	9,93
20 °C	5,96	2,54	0,67	9,16	5,95	2,71	0,61	9,84	7,82	2,54	0,71	11,01
60 °C	5,92	1,72	0,68	7,58	5,82	2,64	0,63	9,33	6,03	na	na	na
85 °C	5,80	2,66	0,61	9,55	4,10	na	na	na	5,23	na	1,00	6,05
105 °C	-	-	-	-	5,39	na	na	na	-	-	-	-

C.9 Tabelle 35: optische Eigenschaften Langzeitexperiment

Probe FG1 Luftseite in der Dampfzone deionisiertes Wasser										
Temp.	Solar Transmission (Ts)	Visible Transmission (Tv)	UV Transmission (Tuv)	Solar Reflectance (Rs)	Vis Reflectance (Rv)	UV Reflectance (Ruv)	Streulicht (STs)	Streulicht (STvis)	Streulicht (Stuv)	
	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
Ausgangssprobe FG1	88,93	91,40	55,95	9,03	8,45	10,34	1,16	0,50	1,45	
4 °C	89,77	90,80	82,32	9,24	8,72	10,24	1,38	0,80	1,19	
20 °C	91,07	92,15	87,75	8,70	7,94	9,40	1,75	1,38	2,49	
60 °C	81,93	81,25	76,60	13,49	11,12	14,47	42,19	44,06	44,50	
85 °C	91,64	92,55	83,70	6,26	5,47	8,86	9,65	11,00	17,43	

Probe FG1 Luftseite in der Lösungszone deionisiertes Wasser										
Temp.	Solar Transmission (Ts)	Visible Transmission (Tv)	UV Transmission (Tuv)	Solar Reflectance (Rs)	Vis Reflectance (Rv)	UV Reflectance (Ruv)	Streulicht (STs)	Streulicht (STvis)	Streulicht (Stuv)	
	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
Ausgangssprobe FG1	88,93	91,40	55,95	9,03	8,45	10,34	1,16	0,50	1,45	
4 °C	89,66	90,78	80,47	9,19	8,65	10,13	1,38	0,81	1,28	
20 °C	90,40	91,30	85,92	11,80	8,86	10,69	1,38	0,89	1,33	
60 °C	92,01	92,73	87,99	5,59	5,27	11,01	30,64	32,18	41,39	
85 °C	64,08	61,63	55,00	25,64	26,84	36,69	36,24	33,91	25,81	

Probe FG1 Luftseite in der Dampfzone Meerwasser										
Temp.	Solar Transmission (Ts)	Visible Transmission (Tv)	UV Transmission (Tuv)	Solar Reflectance (Rs)	Vis Reflectance (Rv)	UV Reflectance (Ruv)	Streulicht (STs)	Streulicht (STvis)	Streulicht (Stuv)	
	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
Ausgangssprobe FG1	88,93	91,40	55,95	9,03	8,45	10,34	1,16	0,50	1,45	
4 °C	89,84	90,87	82,53	9,30	8,77	10,20	1,32	0,76	1,15	
20 °C	89,76	90,99	80,14	8,92	8,30	9,25	3,34	3,17	4,89	
60 °C	85,50	86,74	81,22	12,04	11,12	13,19	29,60	29,08	30,44	
85 °C	85,71	86,28	81,04	9,09	8,09	9,22	37,82	43,01	48,61	

Probe FG1 Luftseite in der Lösungszone Meerwasser

Temp.	Solar Transmission (Ts) [%]	Visible Transmission (Tv) [%]	UV Transmission (Tuv) [%]	Solar Reflectance (Rs) [%]	Vis Reflectance (Rv) [%]	UV Reflectance (Ruv) [%]	Streulicht (STs) [%]	Streulicht (STvis) [%]	Streulicht (Stuv) [%]
Ausgangsprobe FG1	88,93	91,40	55,95	9,03	8,45	10,34	1,16	0,50	1,45
4 °C	89,48	90,48	80,82	9,23	8,44	9,80	2,43	2,02	3,48
20 °C	93,98	97,10	83,14	4,35	1,77	2,38	6,43	7,34	7,82
60 °C	80,51	81,10	75,33	13,34	11,80	13,95	53,66	54,15	50,85
85 °C	85,27	85,29	71,81	8,95	7,76	10,63	58,27	59,84	46,85
105 °C	79,43	77,24	56,04	14,24	16,22	34,15	36,72	35,10	31,28

Probe FG1 Luftseite in der Dampfzone Sulfatwasser

Temp.	Solar Transmission (Ts) [%]	Visible Transmission (Tv) [%]	UV Transmission (Tuv) [%]	Solar Reflectance (Rs) [%]	Vis Reflectance (Rv) [%]	UV Reflectance (Ruv) [%]	Streulicht (STs) [%]	Streulicht (STvis) [%]	Streulicht (Stuv) [%]
Ausgangsprobe FG1	88,93	91,40	55,95	9,03	8,45	10,34	1,16	0,50	1,45
4 °C	90,01	91,08	82,94	10,53	8,76	10,01	1,37	0,82	1,14
20 °C	90,26	91,36	83,59	8,85	8,07	9,30	3,88	3,76	5,06
60 °C	87,82	88,19	83,00	10,94	8,14	10,00	23,60	26,57	35,92
85 °C	94,82	96,42	99,21	6,10	3,78	4,44	64,08	74,16	98,83

Probe FG1 Luftseite in der Lösungszone Sulfatwasser

Temp.	Solar Transmission (Ts) [%]	Visible Transmission (Tv) [%]	UV Transmission (Tuv) [%]	Solar Reflectance (Rs) [%]	Vis Reflectance (Rv) [%]	UV Reflectance (Ruv) [%]	Streulicht (STs) [%]	Streulicht (STvis) [%]	Streulicht (Stuv) [%]
Ausgangsprobe FG1	88,93	91,40	55,95	9,03	8,45	10,34	1,16	0,50	1,45
4 °C	89,71	90,81	80,79	11,69	8,81	10,24	1,63	1,08	1,36
20 °C	88,57	89,44	82,02	11,31	8,77	10,31	1,77	1,29	1,87
60 °C	58,05	49,67	36,76	22,85	26,22	40,19	28,50	25,02	13,89
85 °C	85,30	85,44	87,90	8,99	7,07	10,29	69,00	69,45	74,78

Probe FG8 Luftseite in der Dampfzone deionisiertes Wasser

Temp.	Solar Transmission (Ts)	Visible Transmission (Tv)	UV Transmission (Tuv)	Solar Reflectance (Rs)	Vis Reflectance (Rv)	UV Reflectance (Ruv)	Streulicht (STs)	Streulicht (STvis)	Streulicht (Stuv)
	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
Ausgangsprobe FG8	88,99	90,31	82,30	9,93	9,51	11,81	1,14	0,60	0,74
4 °C	88,74	90,07	82,53	10,07	9,63	12,15	3,89	3,51	3,94
20 °C	88,22	89,64	78,45	9,79	9,33	11,04	2,11	1,66	2,02
60 °C	84,68	85,66	77,55	11,43	11,02	14,59	30,64	34,38	38,34
85 °C	90,11	91,79	84,16	8,08	7,07	7,77	6,05	4,64	8,98

Probe FG8 Luftseite in der Lösungszone deionisiertes Wasser

Temp.	Solar Transmission (Ts)	Visible Transmission (Tv)	UV Transmission (Tuv)	Solar Reflectance (Rs)	Vis Reflectance (Rv)	UV Reflectance (Ruv)	Streulicht (STs)	Streulicht (STvis)	Streulicht (Stuv)
	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
Ausgangsprobe FG8	88,99	90,31	82,30	9,93	9,51	11,81	1,14	0,60	0,74
4 °C	88,85	90,18	82,51	10,17	9,47	11,89	1,88	1,30	1,83
20 °C	89,32	91,02	81,75	8,60	7,59	8,78	3,16	2,97	4,32
60 °C	89,08	90,71	76,49	7,68	7,15	8,47	3,57	3,04	3,50
85 °C	87,96	87,94	79,37	10,45	9,23	15,07	15,70	17,34	28,09

Probe FG8 Luftseite in der Dampfzone Meerwasser

Temp.	Solar Transmission (Ts)	Visible Transmission (Tv)	UV Transmission (Tuv)	Solar Reflectance (Rs)	Vis Reflectance (Rv)	UV Reflectance (Ruv)	Streulicht (STs)	Streulicht (STvis)	Streulicht (Stuv)
	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
Ausgangsprobe FG8	88,23	89,54	81,33	9,97	9,52	11,42	1,14	0,60	0,74
4 °C	87,89	89,25	78,94	10,17	9,56	11,51	3,05	2,61	2,85
20 °C	89,53	91,00	83,31	9,28	8,74	10,36	1,93	1,42	1,83
60 °C	88,08	88,57	85,37	8,97	8,73	9,17	3,95	3,60	4,29
85 °C	86,99	88,15	77,99	13,73	10,94	14,01	11,00	13,13	24,88

Probe FG8 Luftseite in der Lösungszone Meerwasser

Temp.	Solar Transmission (Ts) [%]	Visible Transmission (Tv) [%]	UV Transmission (Tuv) [%]	Solar Reflectance (Rs) [%]	Vis Reflectance (Rv) [%]	UV Reflectance (Ruv) [%]	Streulicht (STs) [%]	Streulicht (STvis) [%]	Streulicht (Stuv) [%]
Ausgangsprobe FG8	88,23	89,54	81,33	9,97	9,52	11,42	1,14	0,60	0,74
4 °C	88,32	89,66	81,00	10,45	9,75	12,56	2,38	1,96	2,42
20 °C	87,84	89,53	76,29	9,31	8,47	9,53	1,72	1,14	1,54
60 °C	88,56	89,57	86,32	9,12	7,69	8,30	31,25	37,83	55,24
85 °C	69,89	66,79	37,40	19,10	18,64	46,45	23,06	25,15	32,67
105 °C	65,92	62,61	32,86	26,20	27,69	37,78	19,64	20,02	15,00

Probe FG8 Luftseite in der Dampfzone Sulfatwasser

Temp.	Solar Transmission (Ts) [%]	Visible Transmission (Tv) [%]	UV Transmission (Tuv) [%]	Solar Reflectance (Rs) [%]	Vis Reflectance (Rv) [%]	UV Reflectance (Ruv) [%]	Streulicht (STs) [%]	Streulicht (STvis) [%]	Streulicht (Stuv) [%]
Ausgangsprobe FG8	88,23	89,54	81,33	9,97	9,52	11,42	1,14	0,60	0,74
4 °C	88,06	89,40	78,99	10,00	9,45	11,61	2,28	1,98	2,65
20 °C	88,17	89,57	78,65	10,16	9,53	11,85	2,09	1,63	2,12
60 °C	86,99	87,99	84,12	9,85	8,13	9,11	14,28	15,97	23,29
85 °C	88,75	90,13	82,86	9,32	8,55	9,75	6,31	6,64	9,61

Probe FG8 Luftseite in der Lösungszone Sulfatwasser

Temp.	Solar Transmission (Ts) [%]	Visible Transmission (Tv) [%]	UV Transmission (Tuv) [%]	Solar Reflectance (Rs) [%]	Vis Reflectance (Rv) [%]	UV Reflectance (Ruv) [%]	Streulicht (STs) [%]	Streulicht (STvis) [%]	Streulicht (Stuv) [%]
Ausgangsprobe FG8	88,23	89,54	81,33	9,97	9,52	11,42	1,14	0,60	0,74
4 °C	88,31	89,69	79,16	10,02	9,52	11,66	2,15	1,79	2,37
20 °C	90,19	92,04	82,74	8,38	7,35	9,23	2,16	1,62	2,76
60 °C	90,20	91,44	75,89	7,72	5,11	8,59	7,52	8,14	13,24
85 °C	88,16	88,99	73,16	10,94	7,55	13,59	7,84	8,83	17,60

Probe FG9 Luftseite in der Dampfzone deionisiertes Wasser

Temp.	Solar Transmission (Ts)	Visible Transmission (Tv)	UV Transmission (Tuv)	Solar Reflectance (Rs)	Vis Reflectance (Rv)	UV Reflectance (Ruv)	Streulicht (STs)	Streulicht (STvis)	Streulicht (Stuv)
	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
Ausgangssprobe FG9	89,17	91,07	65,39	9,30	8,81	10,57	1,15	0,57	1,29
4 °C	89,15	91,15	59,41	9,85	8,87	12,50	1,24	0,68	1,60
20 °C	89,87	91,79	64,12	9,17	8,40	11,38	1,45	0,95	1,97
60 °C	90,94	92,12	64,90	8,23	7,61	12,88	8,53	9,00	7,37
85 °C	83,32	84,70	59,51	11,62	10,71	15,33	38,95	40,16	23,57

Probe FG9 Luftseite in der Lösungszone deionisiertes Wasser

Temp.	Solar Transmission (Ts)	Visible Transmission (Tv)	UV Transmission (Tuv)	Solar Reflectance (Rs)	Vis Reflectance (Rv)	UV Reflectance (Ruv)	Streulicht (STs)	Streulicht (STvis)	Streulicht (Stuv)
	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
Ausgangssprobe FG9	89,17	91,07	65,39	9,30	8,81	10,57	1,15	0,57	1,29
4 °C	89,20	91,14	59,89	10,04	8,88	12,63	1,28	0,72	1,61
20 °C	90,06	91,94	65,05	10,08	8,69	11,95	1,39	0,88	1,90
60 °C	94,71	95,84	64,49	3,15	2,77	8,67	6,14	6,66	8,37
85 °C	72,90	68,76	38,80	17,62	19,26	29,38	41,17	40,06	13,97

Probe FG9 Luftseite in der Dampfzone Meerwasser

Temp.	Solar Transmission (Ts)	Visible Transmission (Tv)	UV Transmission (Tuv)	Solar Reflectance (Rs)	Vis Reflectance (Rv)	UV Reflectance (Ruv)	Streulicht (STs)	Streulicht (STvis)	Streulicht (Stuv)
	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
Ausgangssprobe FG9	89,17	91,07	65,39	9,30	8,81	10,57	1,15	0,57	1,29
4 °C	89,35	91,30	60,87	9,88	8,79	10,94	1,33	0,70	1,72
20 °C	86,97	88,39	64,44	8,61	7,92	10,57	31,93	42,94	36,71
60 °C	83,51	85,18	57,44	12,15	9,99	13,12	33,64	33,27	19,37
85 °C	83,98	85,46	60,93	9,00	7,88	11,05	44,92	48,08	31,04

Probe FG9 Luftseite in der Lösungszone Meerwasser

Temp.	Solar Transmission (Ts) [%]	Visible Transmission (Tv) [%]	UV Transmission (Tuv) [%]	Solar Reflectance (Rs) [%]	Vis Reflectance (Rv) [%]	UV Reflectance (Ruv) [%]	Streulicht (STs) [%]	Streulicht (STvis) [%]	Streulicht (Stuv) [%]
Ausgangsprobe FG9	89,17	91,07	65,39	9,30	8,81	10,57	1,15	0,57	1,29
4 °C	89,24	91,19	60,37	9,27	8,72	10,90	1,38	0,75	1,75
20 °C	90,24	92,56	61,67	8,64	7,39	8,71	1,93	1,49	2,50
60 °C	83,99	84,33	52,78	8,11	7,62	13,43	54,66	55,63	25,08
85 °C	72,13	69,78	39,57	16,03	16,45	21,81	49,03	46,54	15,80
105 °C	79,47	74,74	42,96	15,02	18,99	30,54	27,44	30,76	19,83

Probe FG9 Luftseite in der Dampfzone Sulfatwasser

Temp.	Solar Transmission (Ts) [%]	Visible Transmission (Tv) [%]	UV Transmission (Tuv) [%]	Solar Reflectance (Rs) [%]	Vis Reflectance (Rv) [%]	UV Reflectance (Ruv) [%]	Streulicht (STs) [%]	Streulicht (STvis) [%]	Streulicht (Stuv) [%]
Ausgangsprobe FG9	89,17	91,07	65,39	9,30	8,81	10,57	1,15	0,57	1,29
4 °C	89,44	91,40	60,42	9,64	8,95	11,87	1,36	0,80	1,71
20 °C	88,72	90,76	58,01	11,52	8,58	10,57	1,53	0,94	1,72
60 °C	85,13	86,26	56,38	9,50	8,36	12,59	37,92	39,96	19,10
85 °C	84,02	85,26	59,79	11,30	9,64	13,79	60,19	61,61	33,15

Probe FG9 Luftseite in der Lösungszone Sulfatwasser

Temp.	Solar Transmission (Ts) [%]	Visible Transmission (Tv) [%]	UV Transmission (Tuv) [%]	Solar Reflectance (Rs) [%]	Vis Reflectance (Rv) [%]	UV Reflectance (Ruv) [%]	Streulicht (STs) [%]	Streulicht (STvis) [%]	Streulicht (Stuv) [%]
Ausgangsprobe FG9	89,17	91,07	65,39	9,30	8,81	10,57	1,15	0,57	1,29
4 °C	89,23	91,29	58,67	9,55	8,82	11,57	1,24	0,67	1,65
20 °C	89,28	91,30	59,43	13,30	8,88	10,73	1,27	0,64	1,49
60 °C	89,74	91,17	56,78	6,00	3,78	9,42	9,34	10,66	11,60
85 °C	47,21	42,32	24,41	39,79	44,17	56,28	22,34	18,70	6,73

Probe FG10 Luftseite in der Dampfzone deionisiertes Wasser

Temp.	Solar Transmission (Ts) [%]	Visible Transmission (Tv) [%]	UV Transmission (Tuv) [%]	Solar Reflectance (Rs) [%]	Vis Reflectance (Rv) [%]	UV Reflectance (Ruv) [%]	Streulicht (STs) [%]	Streulicht (STvis) [%]	Streulicht (Stuv) [%]
Ausgangssprobe FG10	90,19	91,23	83,71	9,19	8,64	10,82	1,21	0,67	0,97
4 °C	89,99	90,99	83,70	9,22	8,66	10,61	1,38	0,73	0,90
20 °C	90,41	91,47	85,58	8,68	7,97	9,23	2,94	1,13	1,64
60 °C	83,71	83,32	81,36	12,75	11,07	15,43	32,32	33,86	39,97
85 °C	79,58	78,53	77,07	12,13	11,59	14,15	69,98	68,68	66,61

Probe FG10 Luftseite in der Lösungszone deionisiertes Wasser

Temp.	Solar Transmission (Ts) [%]	Visible Transmission (Tv) [%]	UV Transmission (Tuv) [%]	Solar Reflectance (Rs) [%]	Vis Reflectance (Rv) [%]	UV Reflectance (Ruv) [%]	Streulicht (STs) [%]	Streulicht (STvis) [%]	Streulicht (Stuv) [%]
Ausgangssprobe FG10	90,19	91,23	83,71	9,19	8,64	10,82	1,21	0,67	0,97
4 °C	89,32	90,41	82,81	9,09	8,52	10,30	1,30	0,65	0,91
20 °C	90,39	91,42	85,24	8,86	8,20	9,62	2,79	0,89	1,16
60 °C	92,82	92,19	89,29	7,45	4,87	12,34	43,53	50,97	61,83
85 °C	87,87	88,03	84,13	8,17	7,09	9,93	22,79	23,51	37,47

Probe FG10 Luftseite in der Dampfzone Meerwasser

Temp.	Solar Transmission (Ts) [%]	Visible Transmission (Tv) [%]	UV Transmission (Tuv) [%]	Solar Reflectance (Rs) [%]	Vis Reflectance (Rv) [%]	UV Reflectance (Ruv) [%]	Streulicht (STs) [%]	Streulicht (STvis) [%]	Streulicht (Stuv) [%]
Ausgangssprobe FG10	90,19	91,23	83,71	9,19	8,64	10,82	1,21	0,67	0,97
4 °C	90,05	91,03	84,65	10,01	8,66	10,91	1,33	0,76	0,95
20 °C	90,89	91,87	88,09	8,94	7,98	9,93	3,09	1,28	2,10
60 °C	82,30	81,98	85,18	15,56	14,86	19,79	55,12	53,70	66,34
85 °C	84,09	83,92	80,52	11,44	9,11	11,28	36,90	38,50	45,49

Probe FG10 Luftseite in der Lösungszone Meerwasser

Temp.	Solar Transmission (Ts) [%]	Visible Transmission (Tv) [%]	UV Transmission (Tuv) [%]	Solar Reflectance (Rs) [%]	Vis Reflectance (Rv) [%]	UV Reflectance (Ruv) [%]	Streulicht (STs) [%]	Streulicht (STvis) [%]	Streulicht (Stuv) [%]
Ausgangsprobe FG10	90,19	91,23	83,71	9,19	8,64	10,82	1,21	0,67	0,97
4 °C	90,37	91,29	87,72	9,57	8,57	10,42	1,28	0,71	0,91
20 °C	92,27	93,76	92,48	6,74	5,46	3,68	3,30	1,50	3,46
60 °C	87,55	88,27	79,85	7,75	6,23	10,82	40,16	40,09	47,96
85 °C	81,76	81,07	72,22	10,83	10,05	13,78	42,71	44,16	42,45
105 °C	70,88	67,95	48,57	21,90	23,39	44,05	41,79	41,05	28,15

Probe FG10 Luftseite in der Dampfzone Sulfatwasser

Temp.	Solar Transmission (Ts) [%]	Visible Transmission (Tv) [%]	UV Transmission (Tuv) [%]	Solar Reflectance (Rs) [%]	Vis Reflectance (Rv) [%]	UV Reflectance (Ruv) [%]	Streulicht (STs) [%]	Streulicht (STvis) [%]	Streulicht (Stuv) [%]
Ausgangsprobe FG10	90,19	91,23	83,71	9,19	8,64	10,82	1,21	0,67	0,97
4 °C	89,94	90,93	84,95	9,77	8,86	10,96	4,22	1,22	1,72
20 °C	90,58	91,70	85,59	8,60	7,87	9,24	4,65	1,69	2,44
60 °C	78,30	76,69	69,49	18,59	18,04	28,60	39,76	41,66	41,37
85 °C	86,96	87,31	84,48	9,22	8,14	9,21	21,03	21,70	28,24

Probe FG10 Luftseite in der Lösungszone Sulfatwasser

Temp.	Solar Transmission (Ts) [%]	Visible Transmission (Tv) [%]	UV Transmission (Tuv) [%]	Solar Reflectance (Rs) [%]	Vis Reflectance (Rv) [%]	UV Reflectance (Ruv) [%]	Streulicht (STs) [%]	Streulicht (STvis) [%]	Streulicht (Stuv) [%]
Ausgangsprobe FG10	90,19	91,23	83,71	9,19	8,64	10,82	1,21	0,67	0,97
4 °C	90,11	91,01	86,86	10,20	8,63	10,84	5,10	2,27	3,39
20 °C	90,21	91,36	82,89	9,07	8,22	9,52	4,03	0,98	1,24
60 °C	73,62	73,61	64,34	7,02	3,31	7,01	10,03	8,22	17,69
85 °C	83,89	82,24	73,40	10,13	9,18	17,41	46,57	50,88	48,77

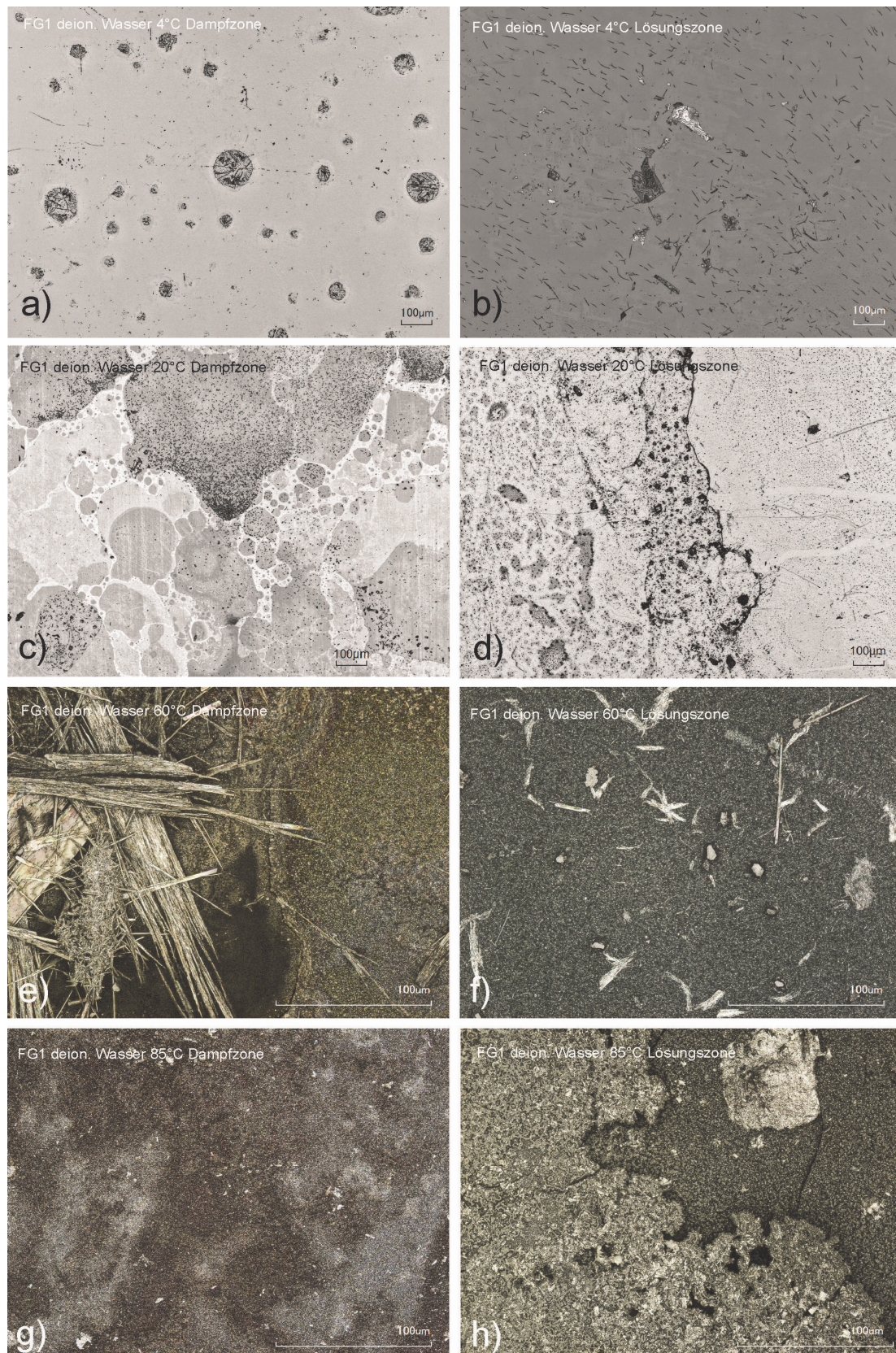


Abbildung 133: FG1 nach deion. Wasser im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).

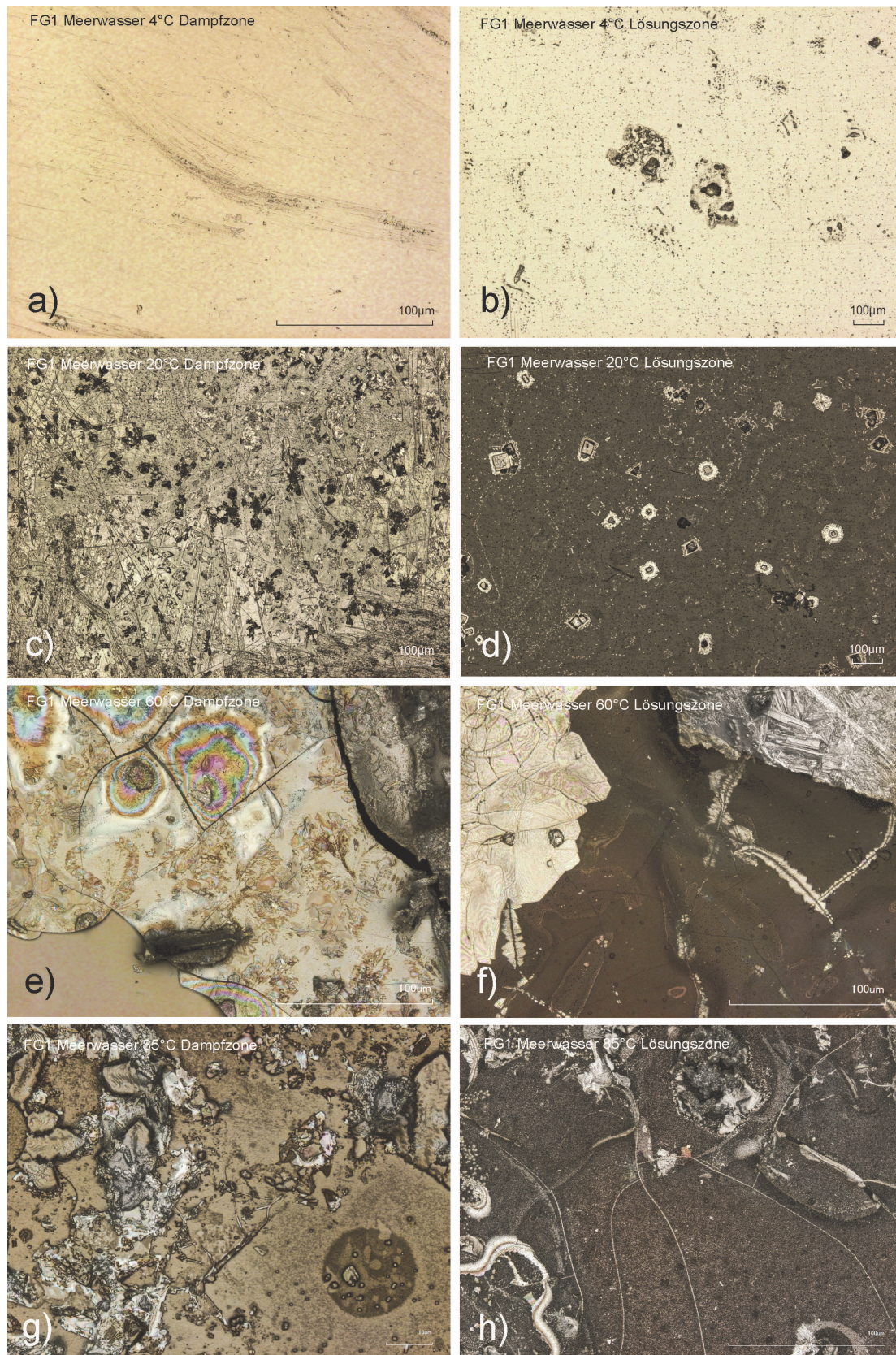


Abbildung 134: FG1 nach Meerwasser im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).

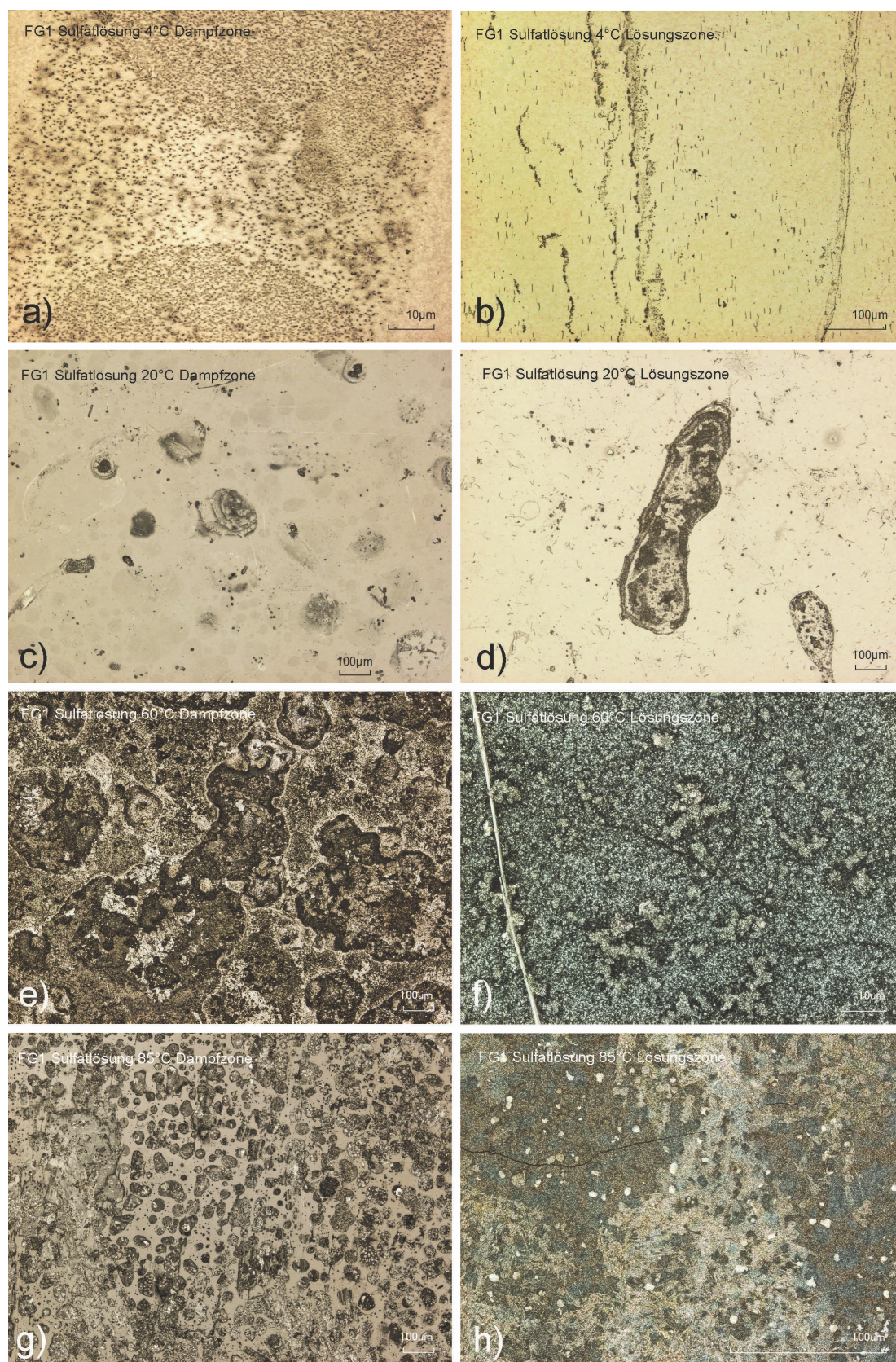


Abbildung 135: FG1 nach Sulfatlösung im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).

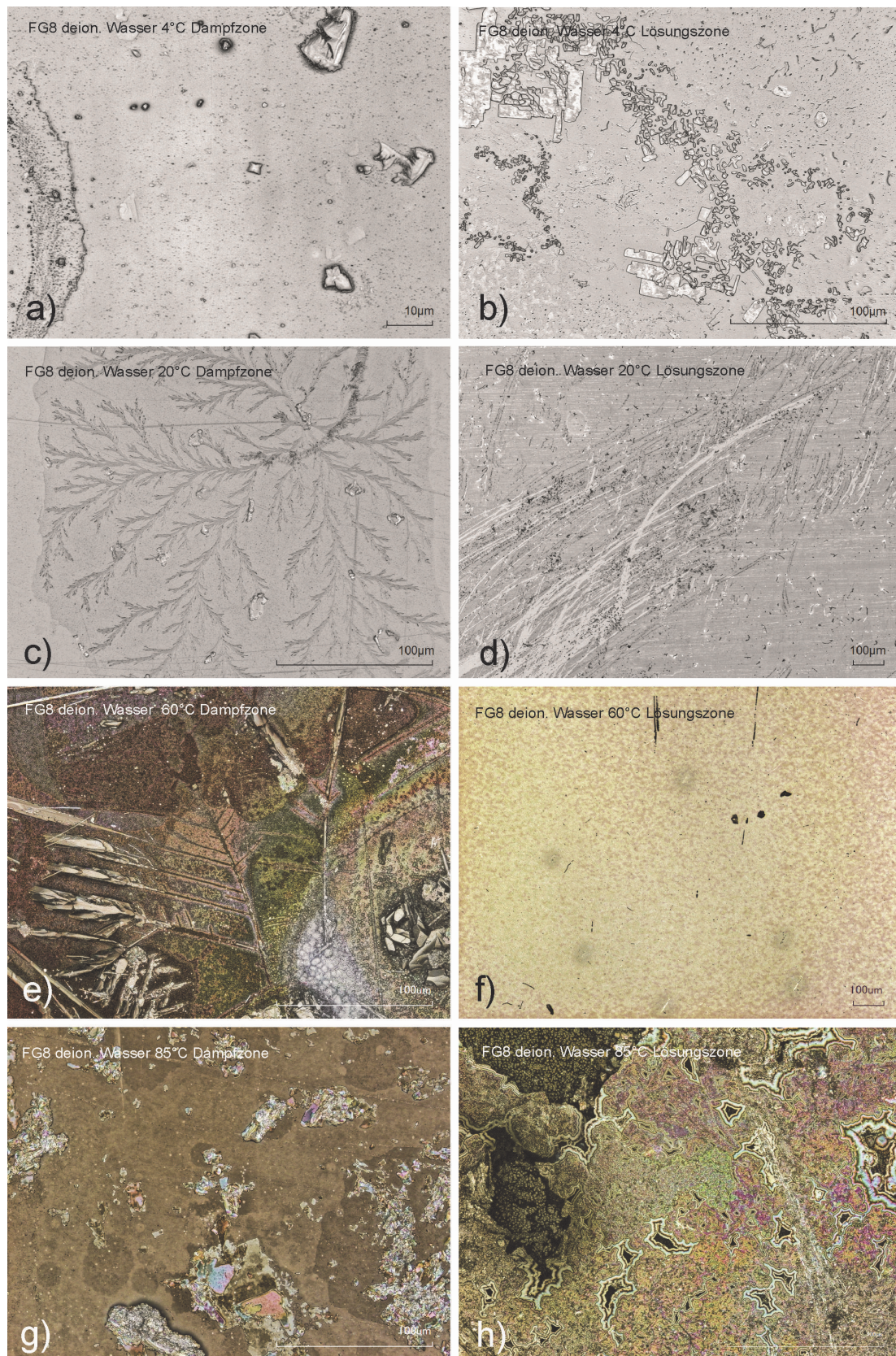


Abbildung 136: FG8 nach deion. Wasser im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).

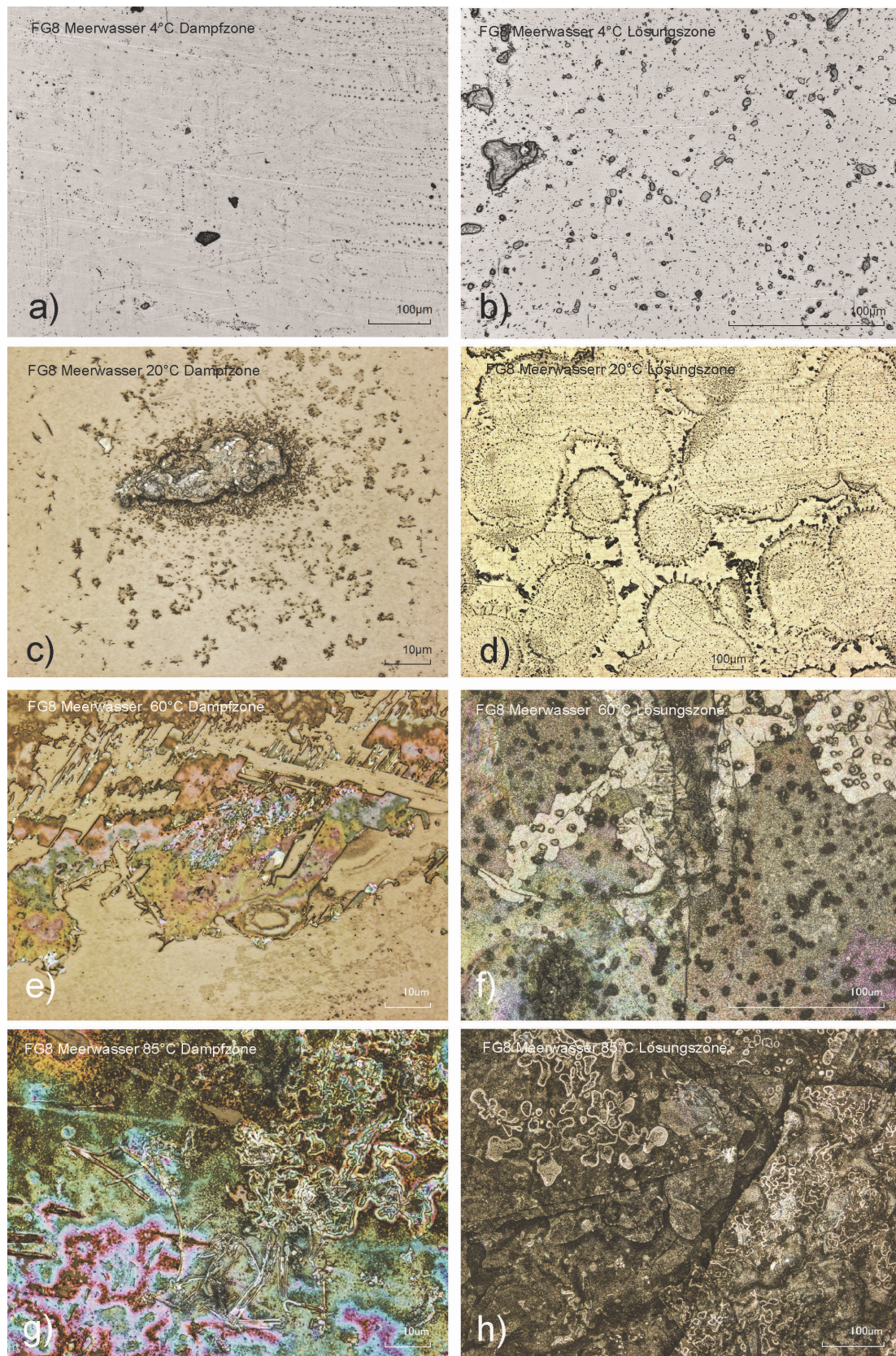


Abbildung 137: FG8 nach Meerwasser im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).

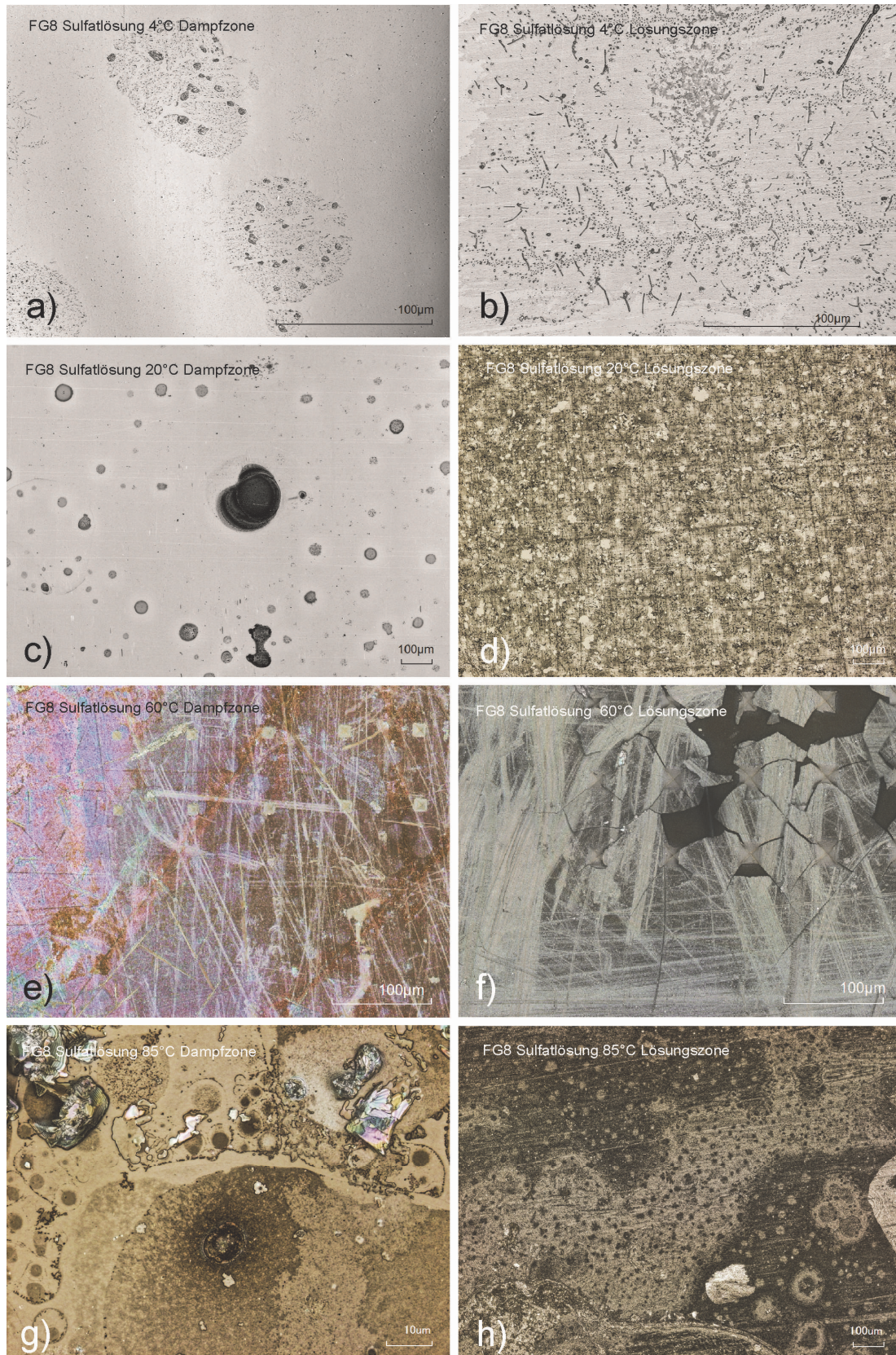


Abbildung 138: FG8 nach Sulfatlösung im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).

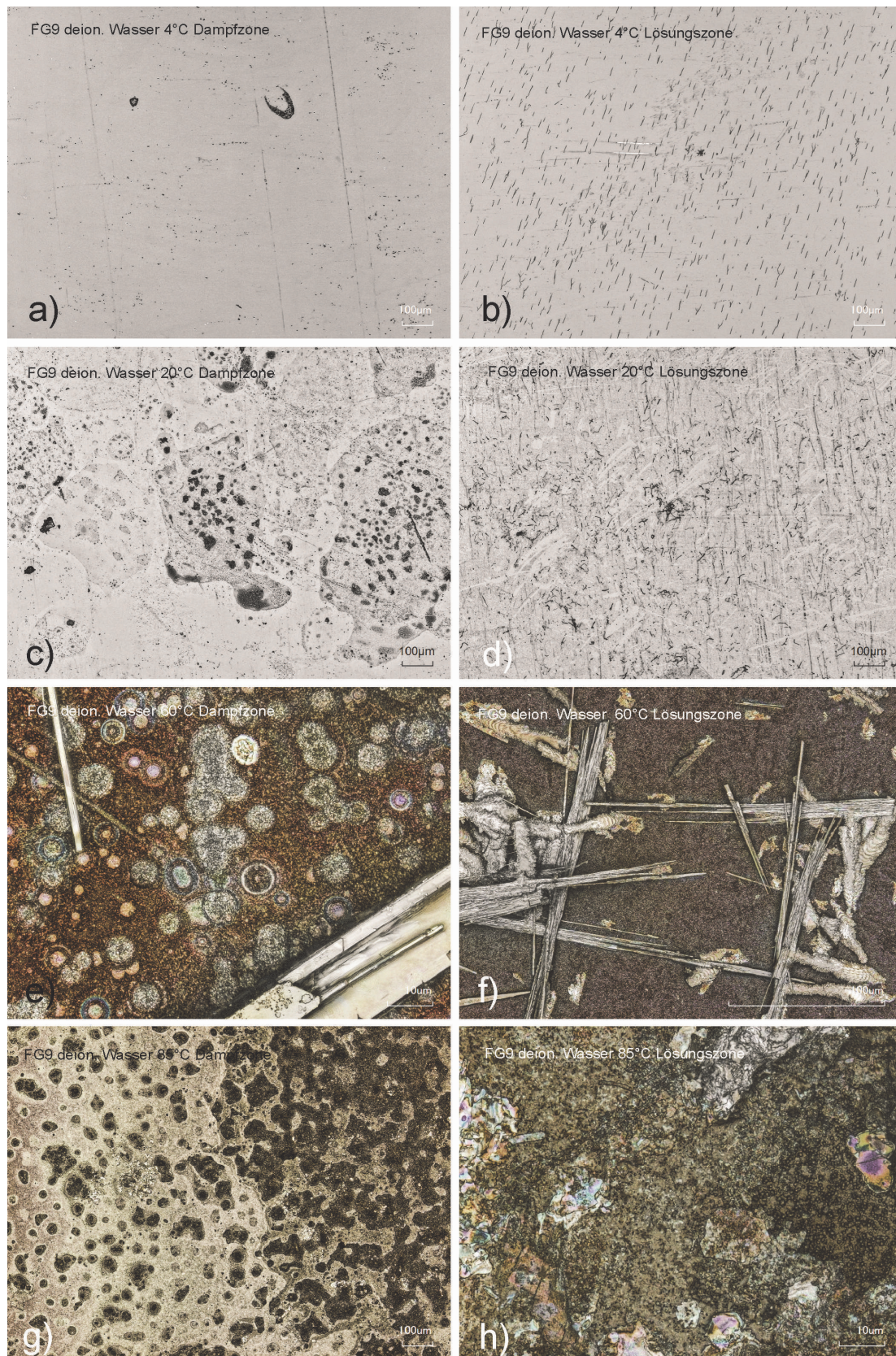


Abbildung 139: FG9 nach deion. Wasser im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).

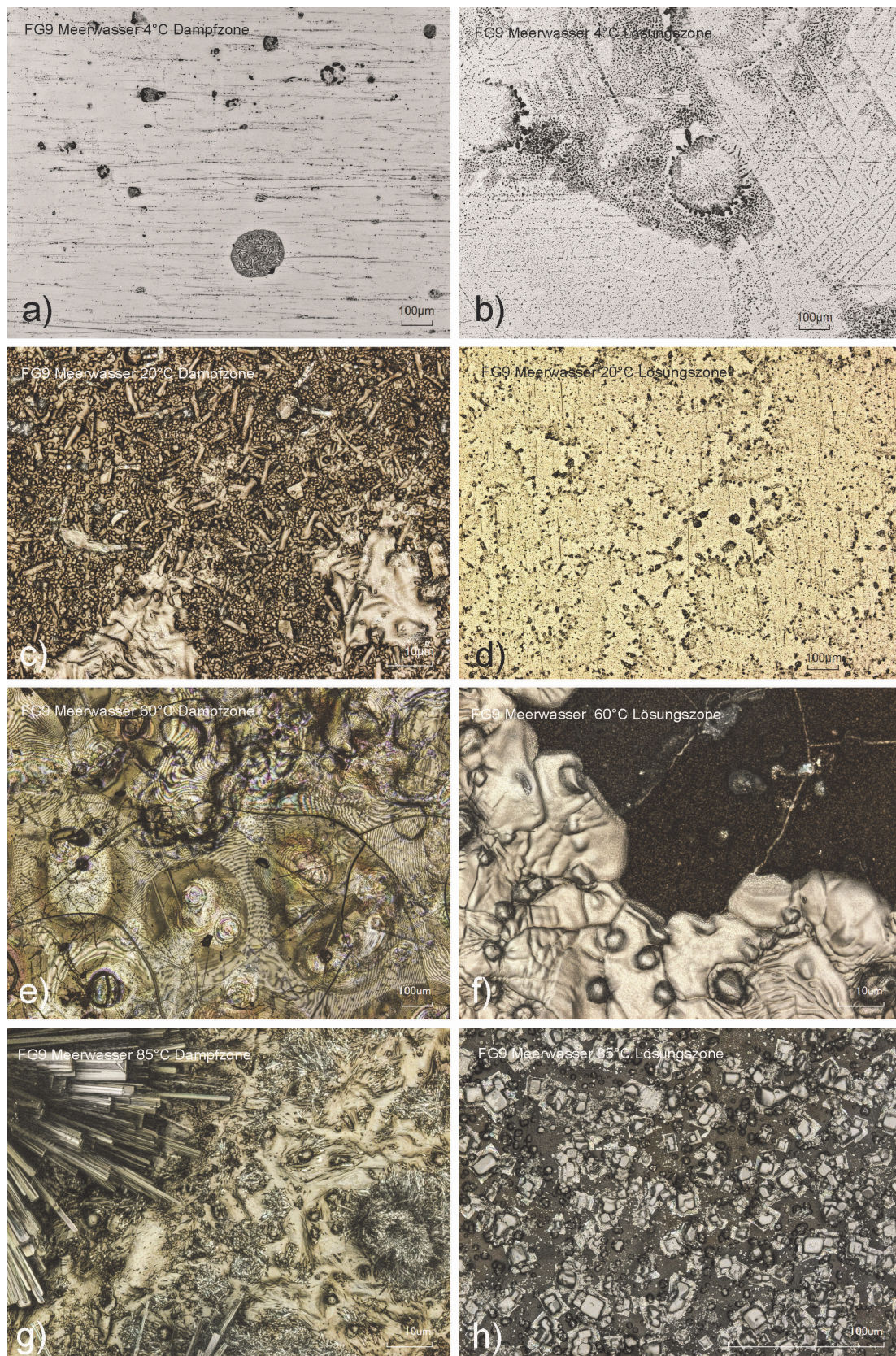


Abbildung 140: FG9 nach Meerwasser im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).

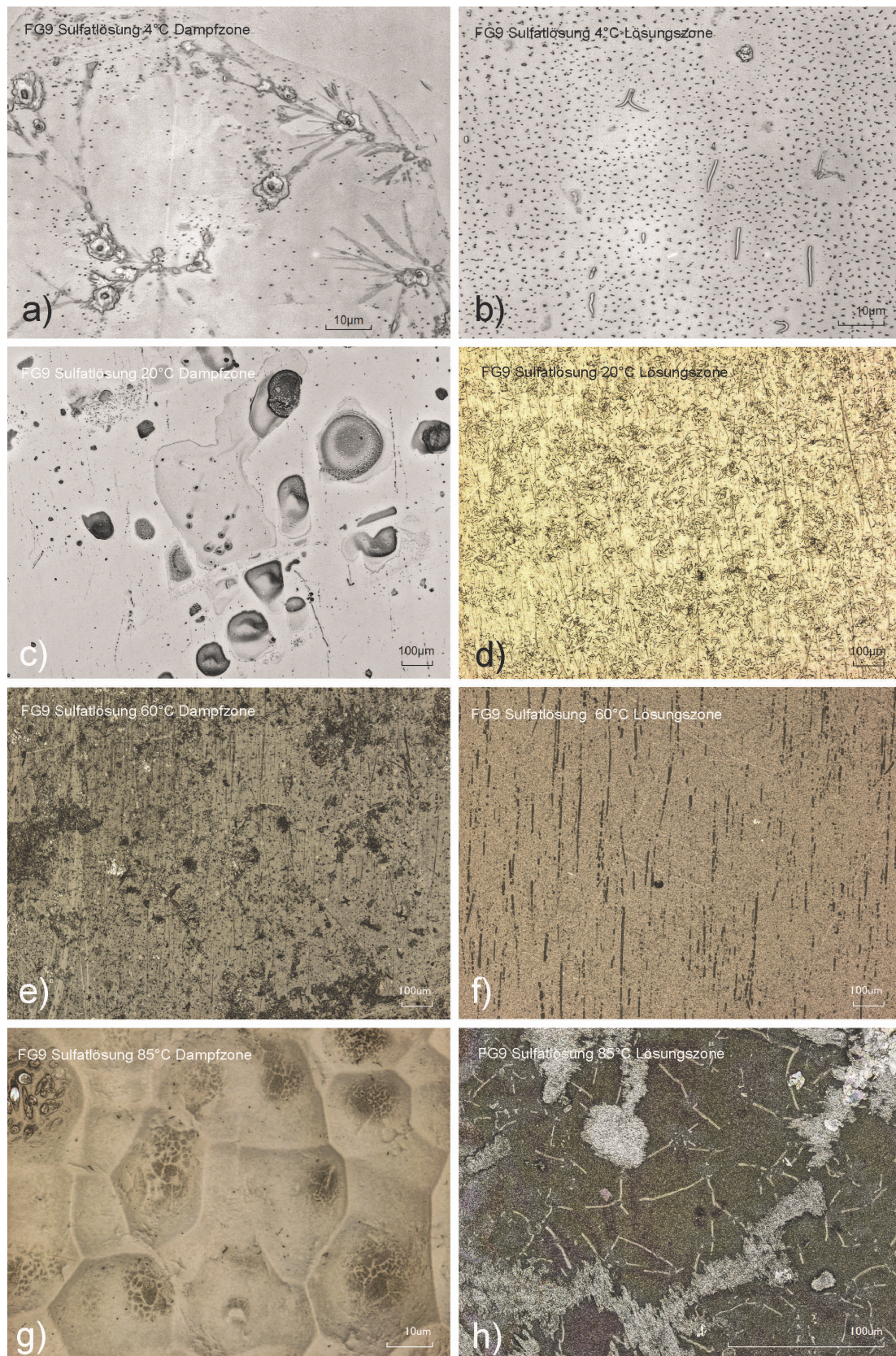


Abbildung 141: FG9 nach Sulfatlösung im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).

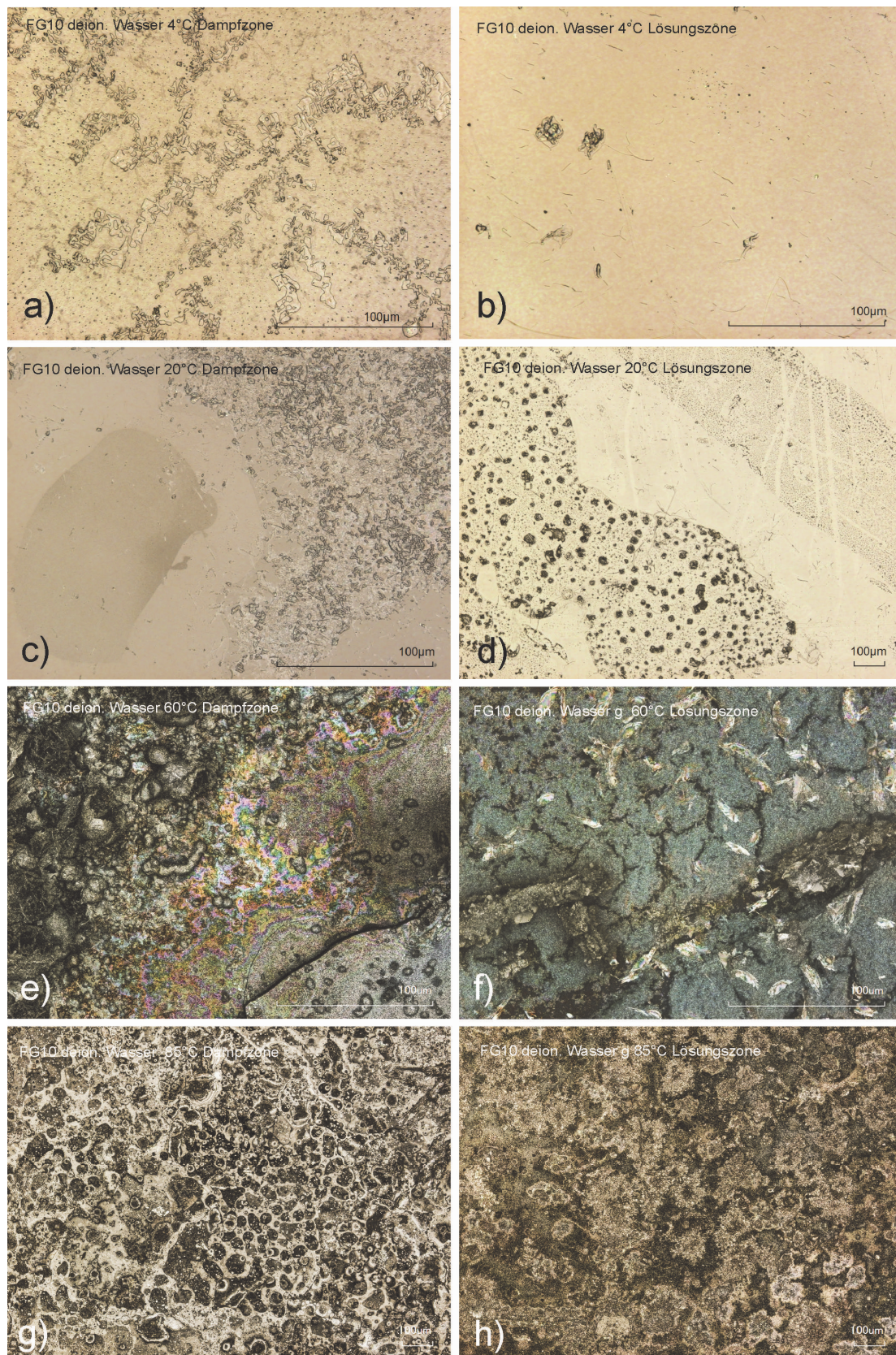


Abbildung 142: FG10 nach deion. Wasser im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).

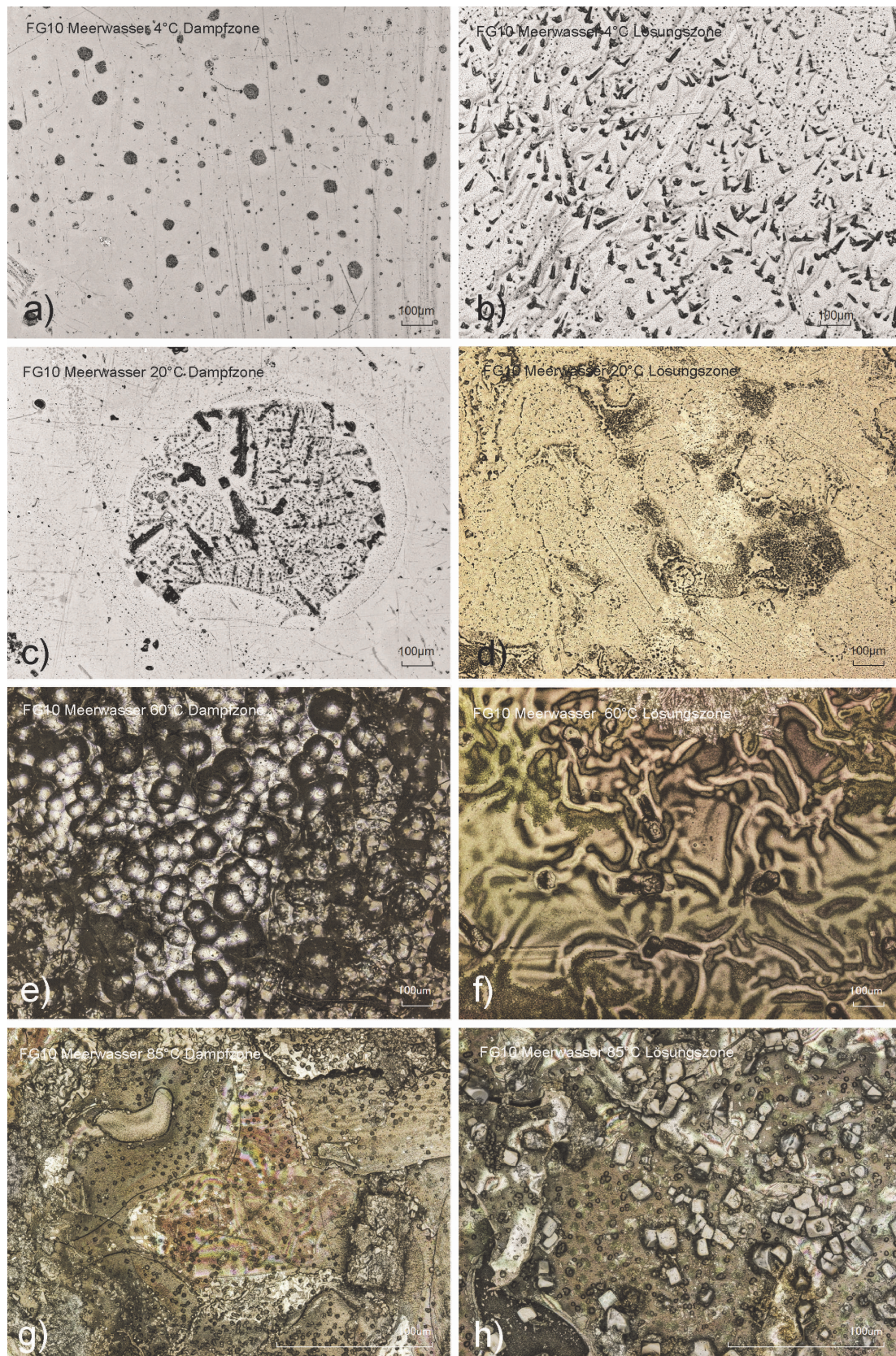


Abbildung 143: FG10 nach Meerwasser im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).

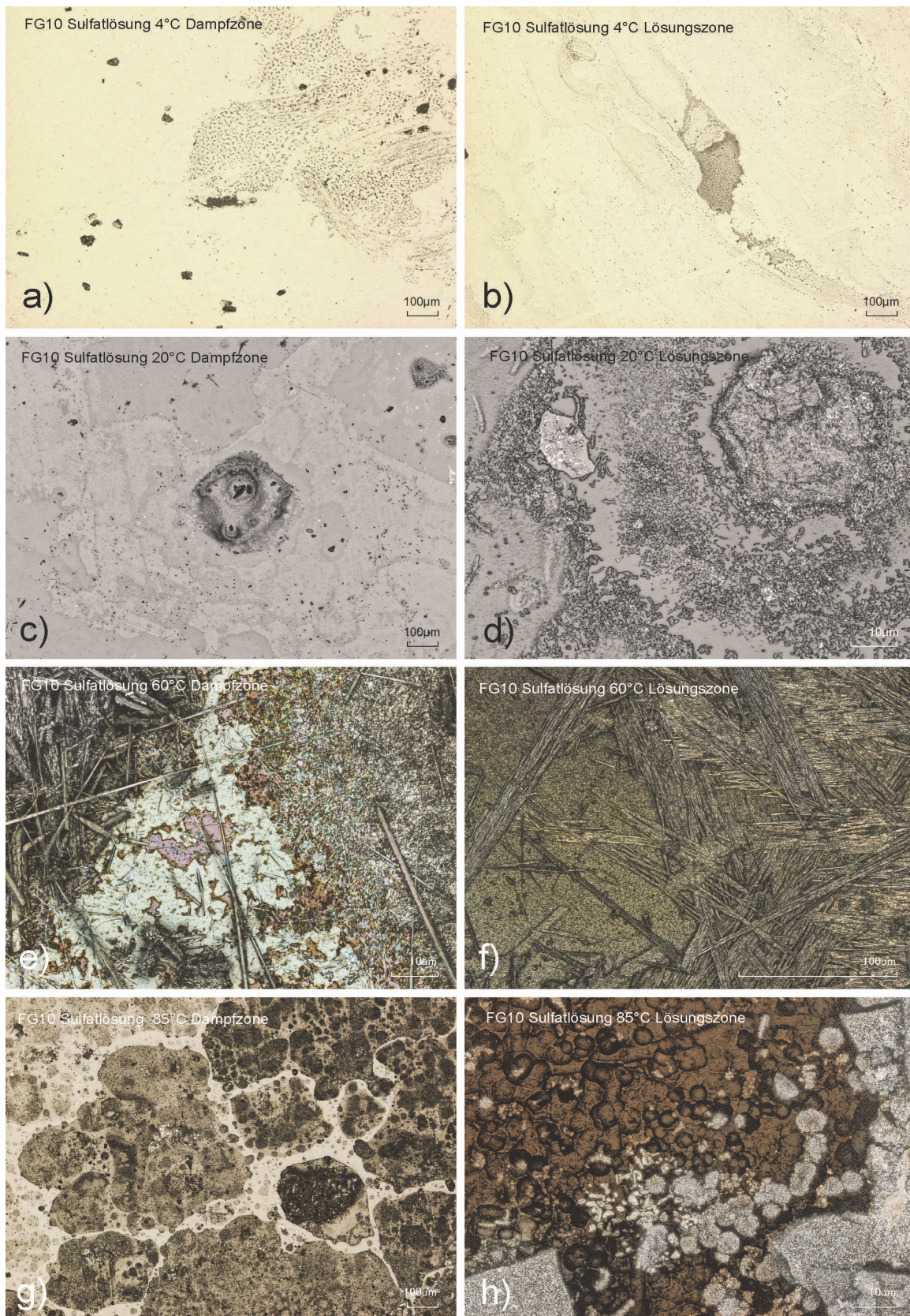
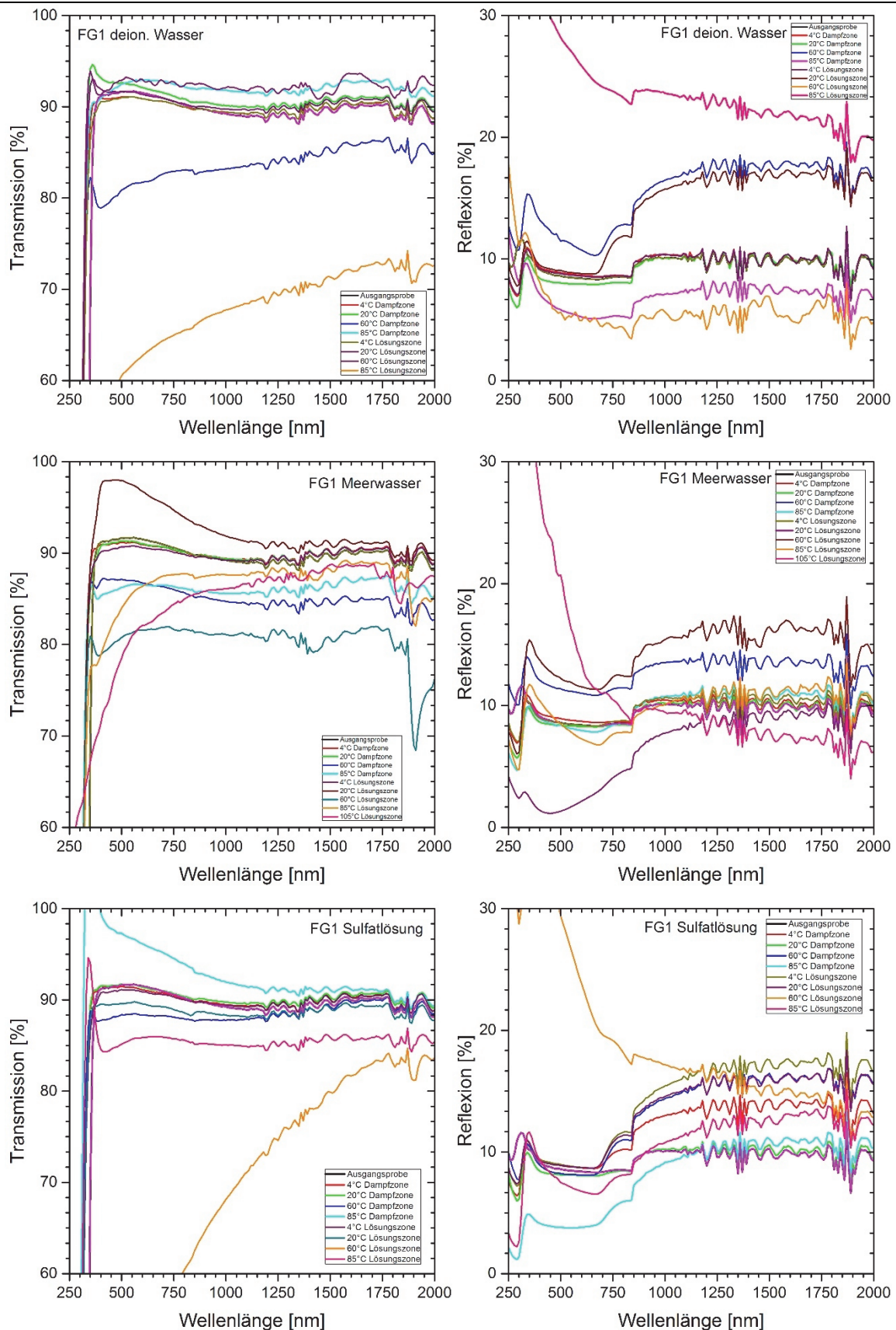
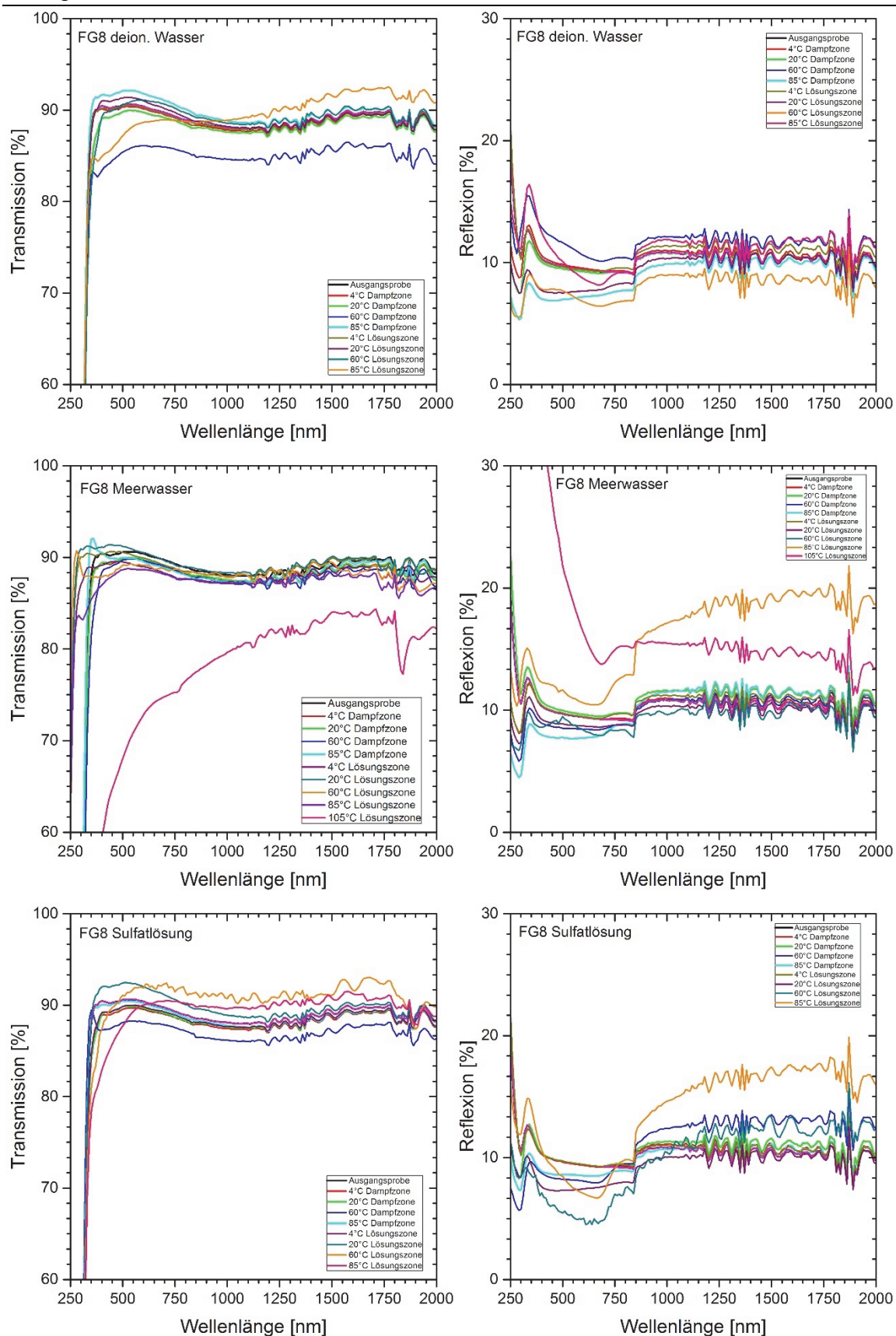


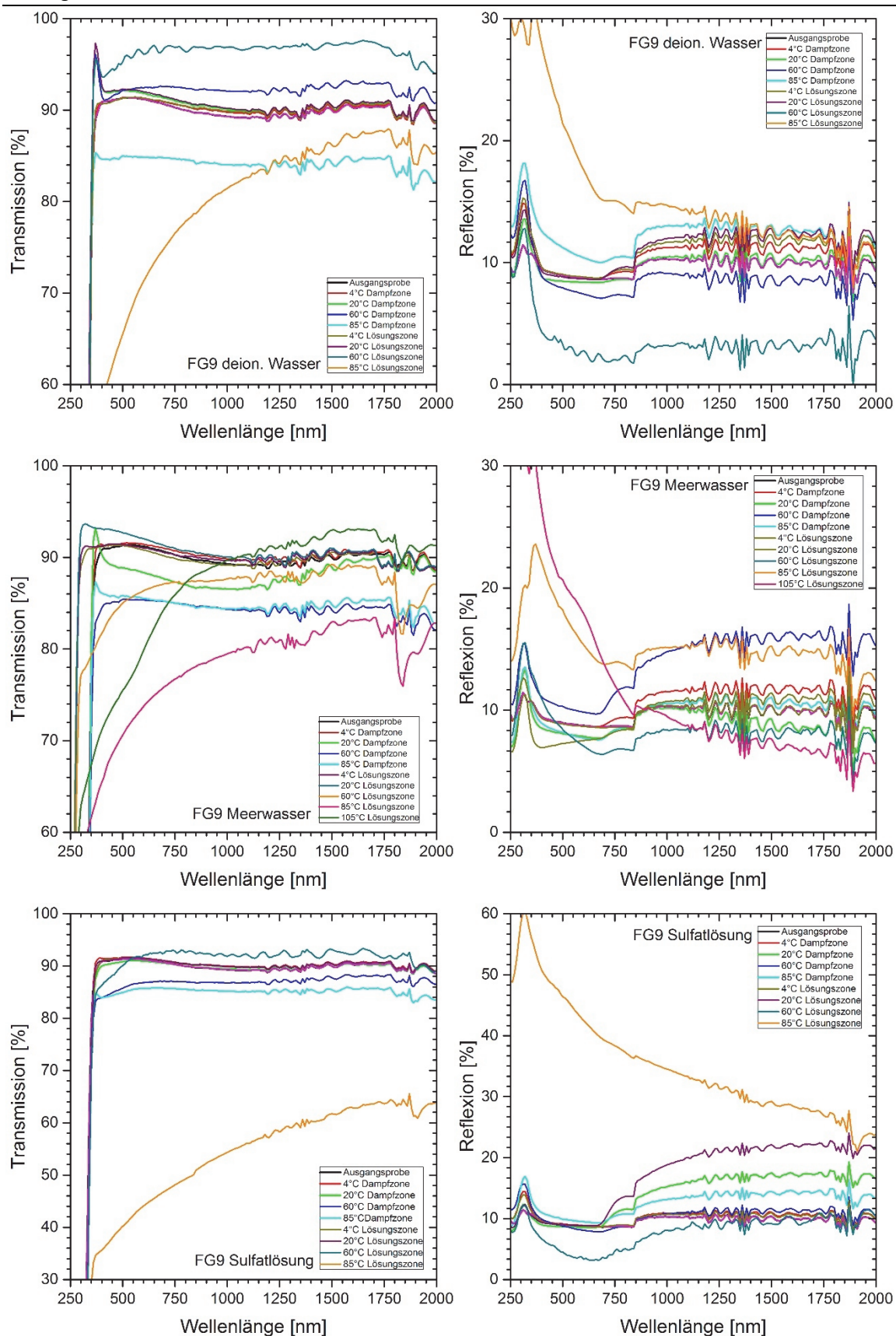
Abbildung 144: FG10 nach Sulfatlösung im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).



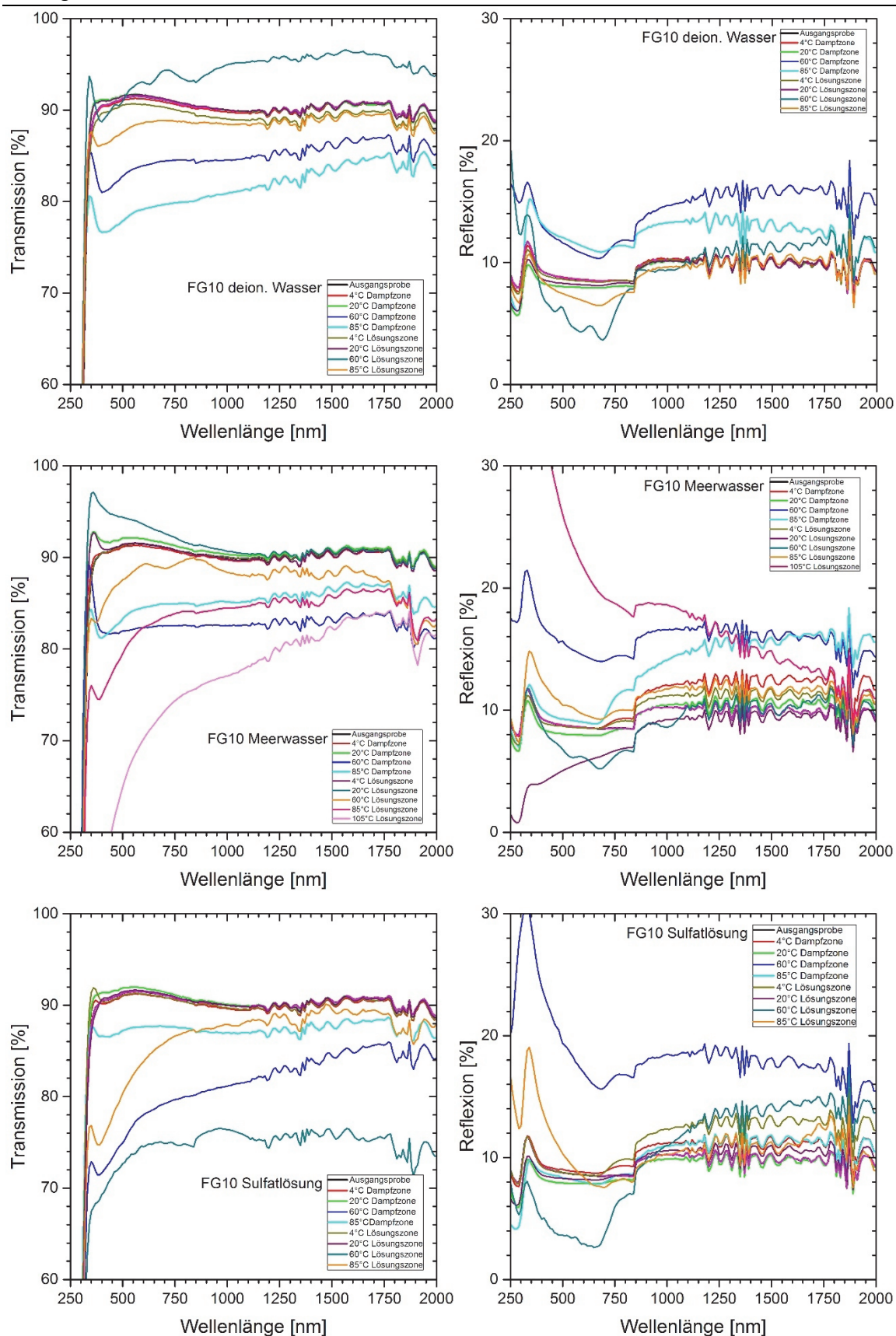
C.11 Abbildung 145: Transmissionskurven (linke Spalte) und Reflexionskurven (rechte Spalte) der Probe FG1 nach 500 Tagen Langzeitexperiment in verschiedenen Lösungen.



C.12 Abbildung 146: Transmissionskurven (linke Spalte) und Reflexionskurven (rechte Spalte) der Probe FG8 nach 500 Tagen Langzeitexperiment in verschiedenen Lösungen.



C.13 Abbildung 147: Transmissionskurven (linke Spalte) und Reflexionskurven (rechte Spalte) der Probe FG9 nach 500 Tagen Langzeitexperiment in verschiedenen Lösungen.



C.14 Abbildung 148: Transmissionskurven (linke Spalte) und Reflexionskurven (rechte Spalte) der Probe FG10 nach 500 Tagen Langzeitexperiment in verschiedenen Lösungen.

C.15 Tabelle 36: chemische Auslaugung Langzeitexperiment (FG1 und FG8)

Probe FG1 Luftseite in deionisiertem Wasser Dampfzone										Probe FG1 Luftseite in deionisiertem Wasser Lösungszone									
Proben-Nr.	Na-		Mg-		Si-		Ca-		K-		Na- Laugungstiefe	Mg- Anreicherungstiefe	Si- Anreicherungstiefe	Ca- Laugungstiefe	Anreicherungstief	K- Anreicherungstief			
	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Anreicherungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstief	Laugungstiefe	Anreicherungstief											
Ausgangssprobe	140	30	25	18	40	18	40	120	30	30	18	40	18	40					
FG1	70	65	56	44	43	44	43	58	52	42	32	36	32	36					
4°C	93	71	75	47	133	47	133	93	90	52	62	36	62	36					
20°C	2160	980	975	950	2165	950	2165	2345	2310	2320	2150	2520	2150	2520					
60°C	2550	800	730	2610	3000	2610	3000	2820	2280	1900	2620	3500	2620	3500					
85°C																			

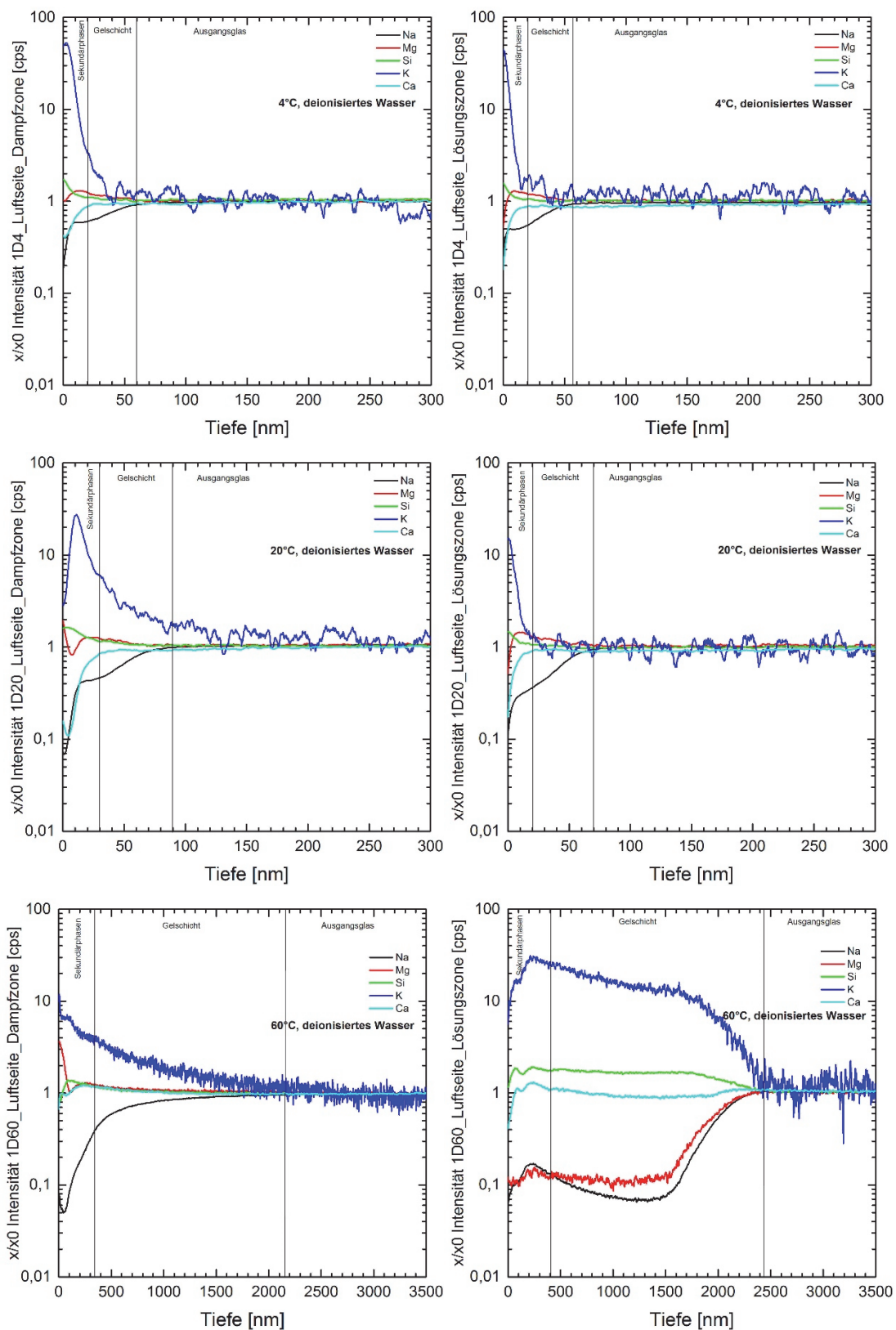
Probe FG1 Luftseite in synthetischem Meerwasser Dampfzone										Probe FG1 Luftseite in synthetischem Meerwasser Lösungszone									
Proben-Nr.	Na-		Mg-		Si-		Ca-		K-		Na- Laugungstiefe	Mg- Anreicherungstiefe	Si- Anreicherungstiefe	Ca- Laugungstiefe	Anreicherungstief	K- Anreicherungstief			
	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Anreicherungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstief	Laugungstiefe	Anreicherungstief											
Ausgangssprobe	140	30	25	18	40	18	40	120	30	30	18	40	18	40					
FG1	62	22	23	23	72	23	72	37	40	40	40	85	40	85					
4°C	860	860	930	935	1180	935	1180	75	55	60	75	445	75	445					
20°C	2410	2000	2020	2030	2800	2030	2800	16750	16750	16700	16540	16800	16540	16800					
60°C	6765	6780	6750	6750	8000	6750	8000	7580	7570	6990	7700	7300	7700	7300					
85°C								9350	7760	8250	8300	9000	8300	9000					
105°C																			

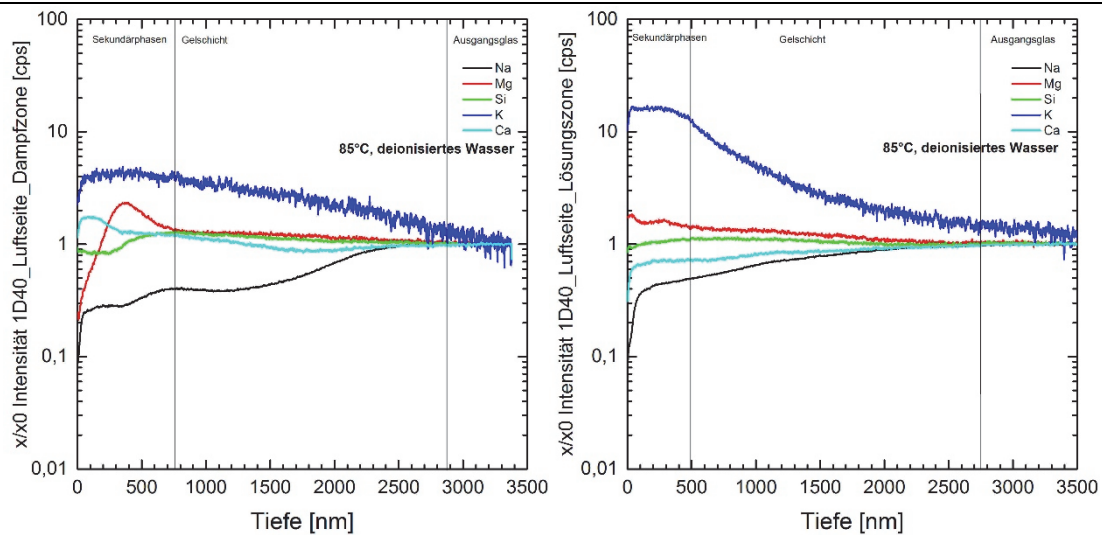
Probe FG1 Luftseite in Sulfatlösung Dampfzone										Probe FG1 Luftseite in Sulfatlösung Lösungszone									
Proben-Nr.	Na-		Mg-		Si-		Ca-		K-		Na- Laugungstiefe	Mg- Anreicherungstiefe	Si- Anreicherungstiefe	Ca- Laugungstiefe	Anreicherungstief	K- Anreicherungstief			
	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Anreicherungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstief	Laugungstiefe	Anreicherungstief											
Ausgangssprobe	140	30	25	18	40	18	40	120	30	30	18	40	18	40					
FG1	67	59	28	26	25	26	25	65	66	40	53	65	53	65					
4°C	105	67	72	80	430	80	430	80	65	63	66	460	66	460					
20°C	3240	3224	3234	3230	3750	3230	3750	3020	2600	2630	3145	3435	3145	3435					
60°C	1515	1580	1580	1580	1600	1580	1600	800	500	1080	1200	740	1200	740					
85°C																			

ProbenNr.	Probe FG8 Luftseite in deionisiertem Wasser Dampfzone						Probe FG8 Luftseite in deionisiertem Wasser Lösungszone					
	Na-		Mg-		Si-		Na-		Mg-		Si-	
	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe
Ausgangsprobe FG8	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm
4°C	35	43	16	30	30	30	2	10	19	19	14	14
20°C	95	60	62	380	690	690	38	43	25	25	560	560
60°C	80	77	58	38	116	116	75	75	56	56	70	70
85°C	760	325	225	360	660	660	356	175	150	150	750	750
	470	53	20	19	980	980	2350	2340	1980	1980	2365	2365

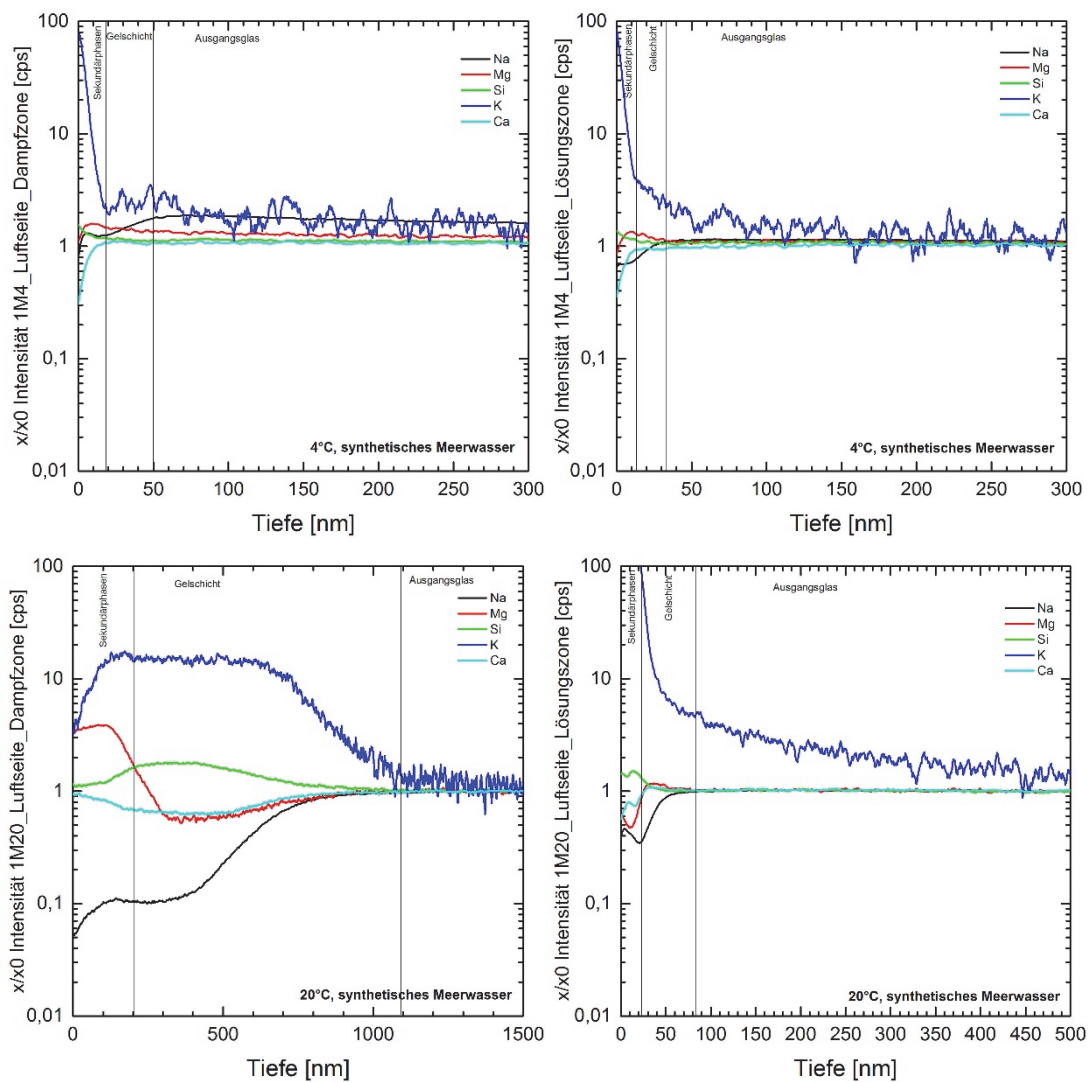
ProbenNr.	Probe FG8 Luftseite in synthetischem Meerwasser Dampfzone						Probe FG8 Luftseite in synthetischem Meerwasser Lösungszone					
	Na-		Mg-		Si-		Na-		Mg-		Si-	
	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe
Ausgangsprobe FG8	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm
4°C	35	43	16	30	30	30	2	10	19	19	14	14
20°C	70	40	40	50	1020	1020	48	45	60	60	330	330
60°C	55	62	75	60	350	350	245	75	240	240	680	680
85°C	250	115	110	230	1860	1860	530	510	535	535	670	670
105°C	380	35	40	40	690	690	355	160	300	300	240	240
	-	-	-	-	-	-	4130	2100	4240	4240	4790	4790

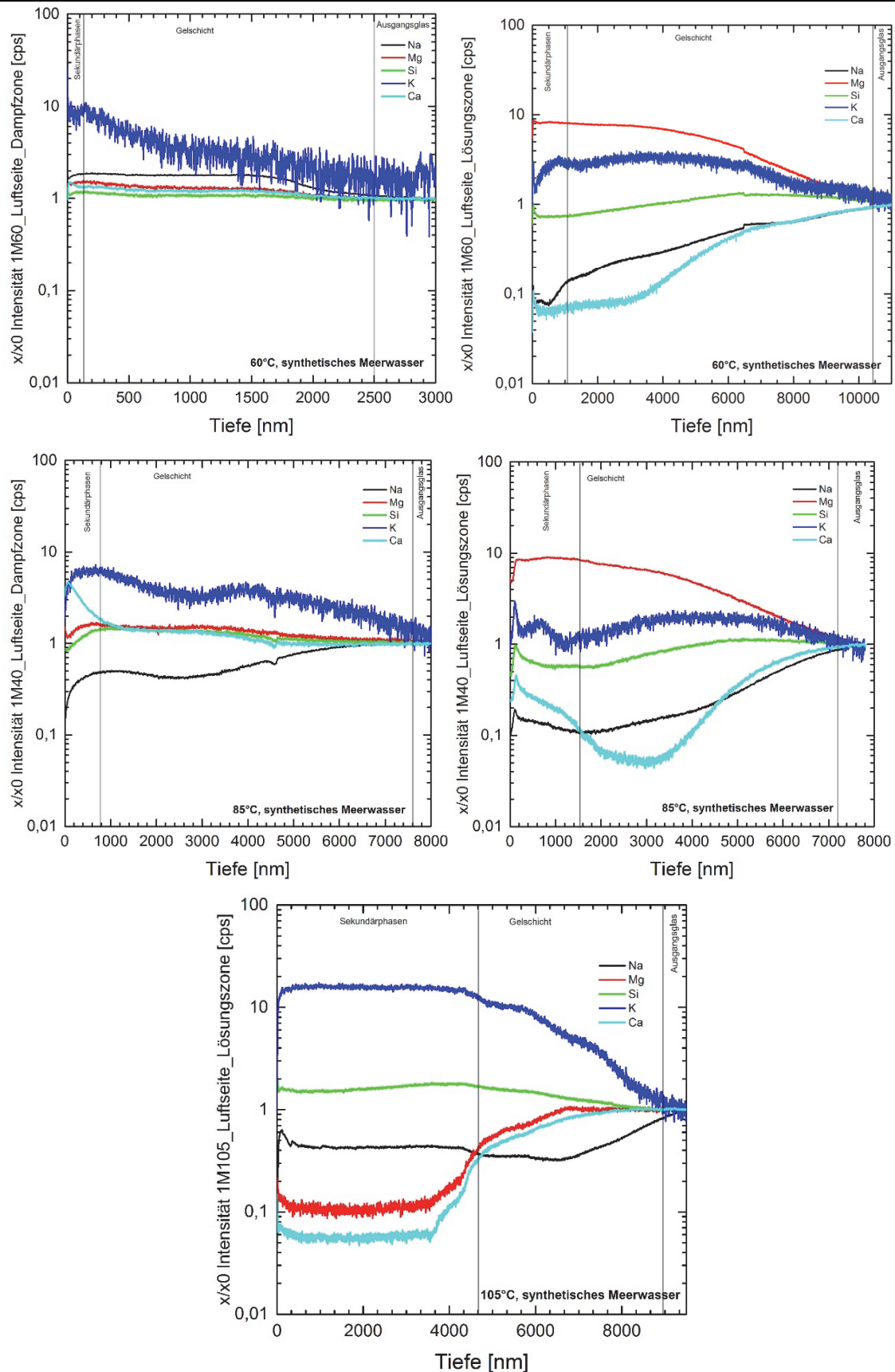
ProbenNr.	Probe FG8 Luftseite in Sulfatlösung Dampfzone						Probe FG8 Luftseite in Sulfatlösung Lösungszone					
	Na-		Mg-		Si-		Na-		Mg-		Si-	
	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe	Laugungstiefe	Anreicherungstiefe
Ausgangsprobe FG8	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm
4°C	35	43	16	30	30	30	2	10	19	19	14	14
20°C	32	30	20	25	50	50	45	40	25	25	100	100
60°C	60	50	45	38	100	100	95	60	60	60	35	35
85°C	520	36	240	250	4600	4600	7780	7460	7450	7450	7770	7770
	990	680	510	530	1600	1600	970	560	570	570	1590	1590



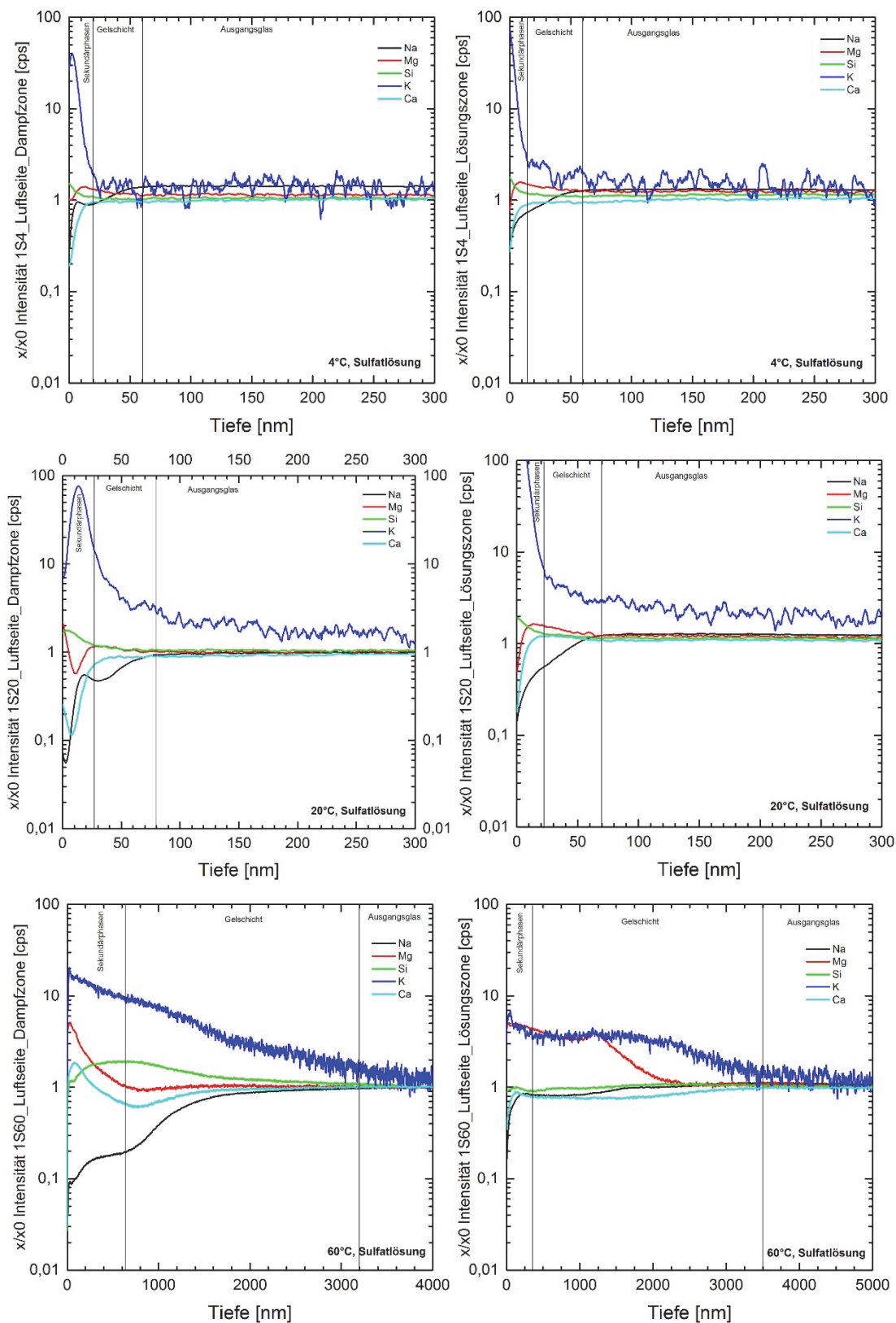


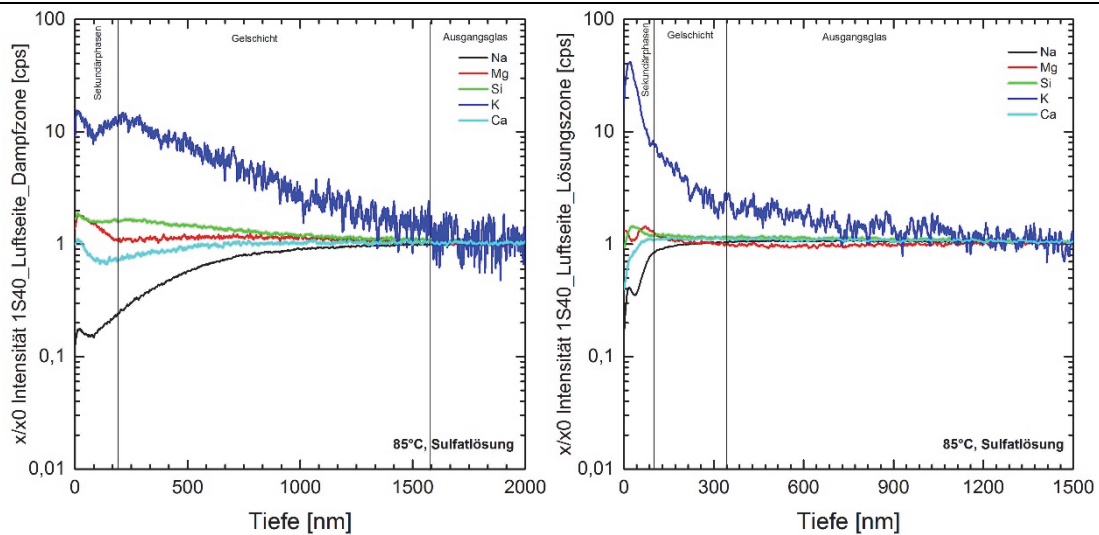
C.16 Abbildung 149: Auslaugungskurven der Luftseite von Probe FG1, 500 Tage in deionisiertem Wasser bei 4°C, 20°C, 60°C und 85°C. In der linken Spalte die Tiefenprofile der Dampfzone oberhalb des Wasserspiegels, in der rechten Spalte die Tiefenprofile aus der Lösungszone im Wasser.



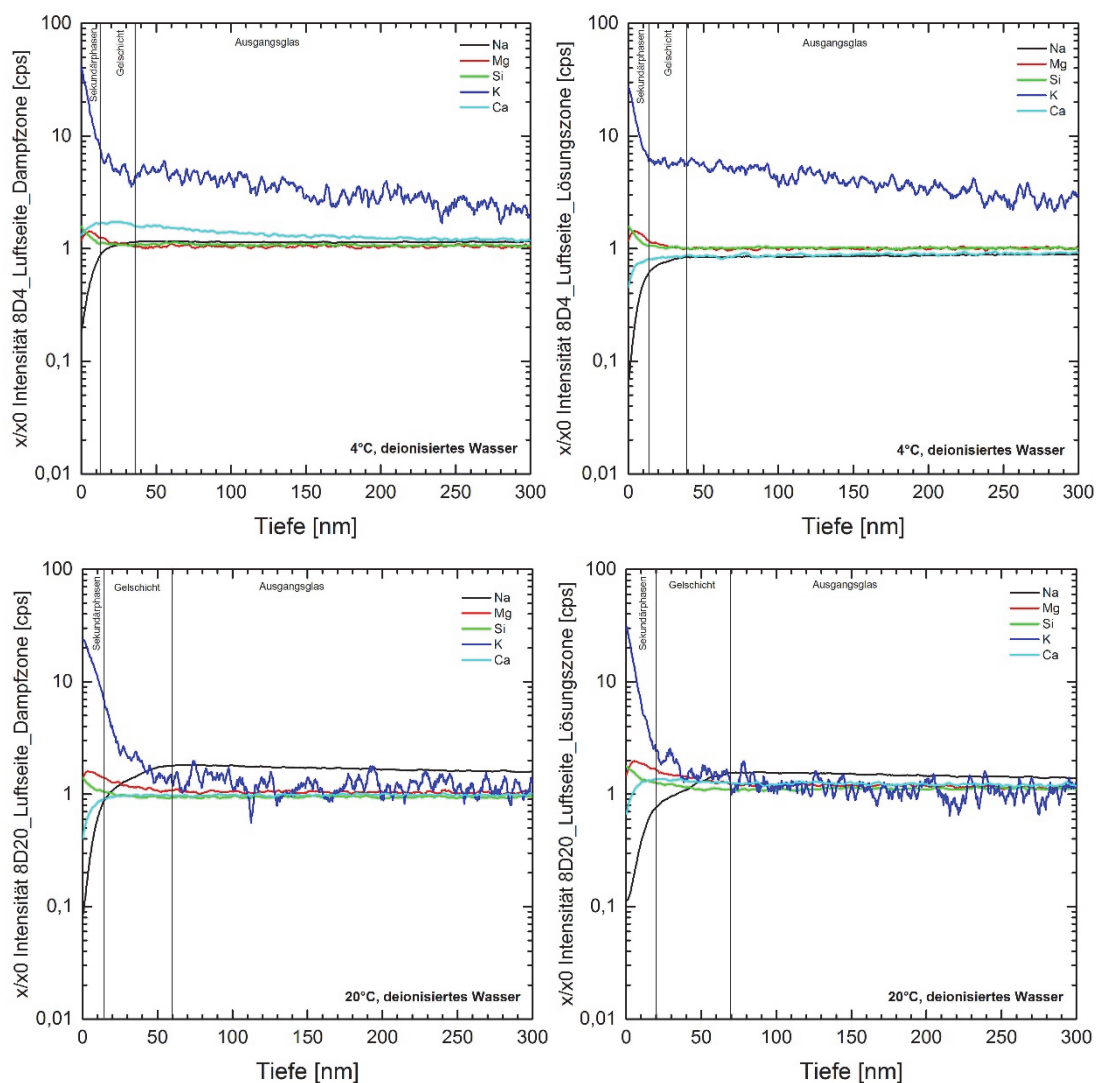


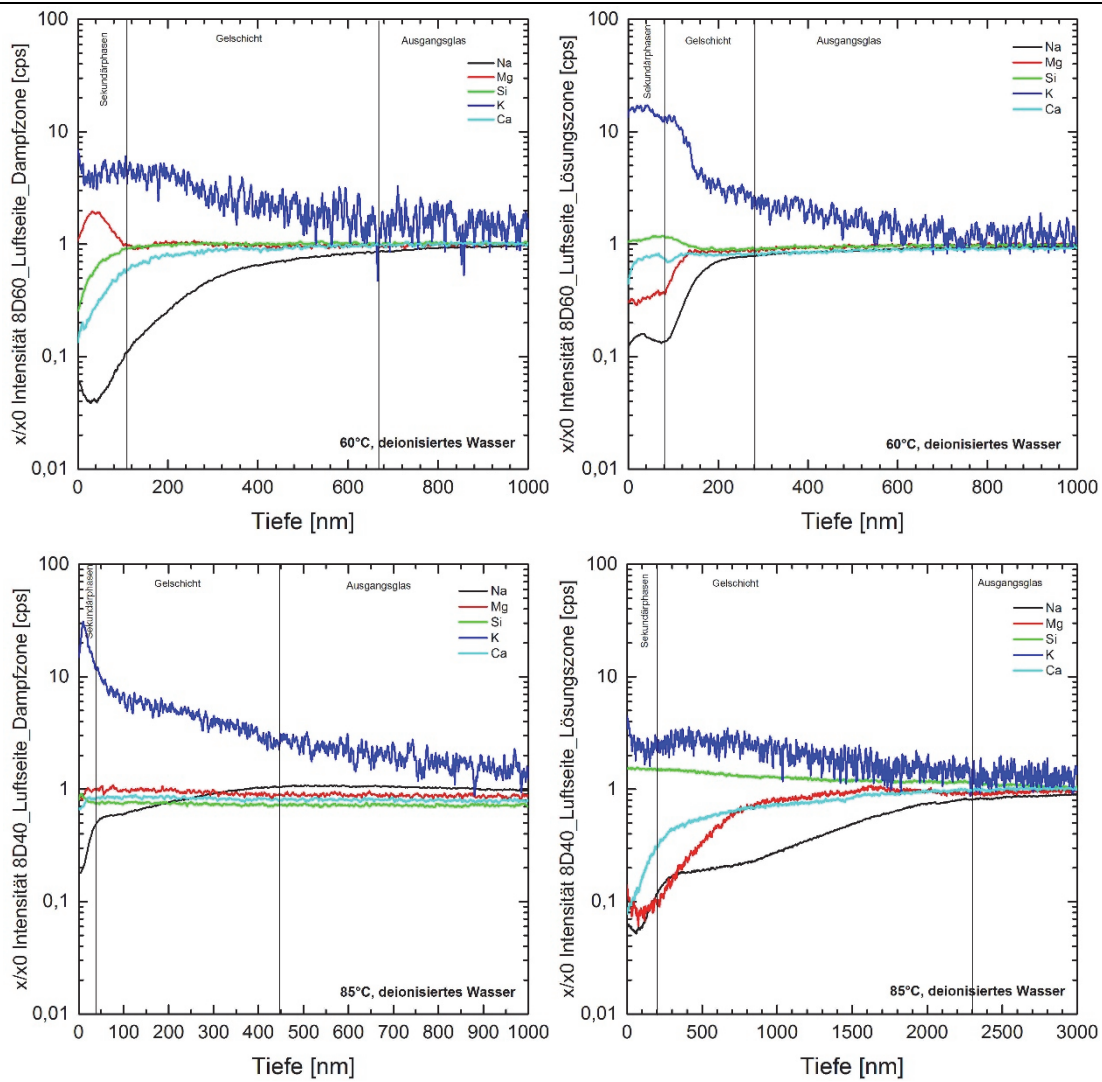
C.17 Abbildung 150: Auslaugungskurven der Luftseite von Probe FG1, 500 Tage in synthetischem Meerwasser bei 4°C, 20°C, 60°C, 85°C und 105°C. In der linken Spalte die Tiefenprofile der Dampfzone oberhalb des Wasserspiegels, in der rechten Spalte die Tiefenprofile aus der Lösungszone im Wasser sowie mittig zum Schluss die Probe komplett in Lösung bei 105°C.



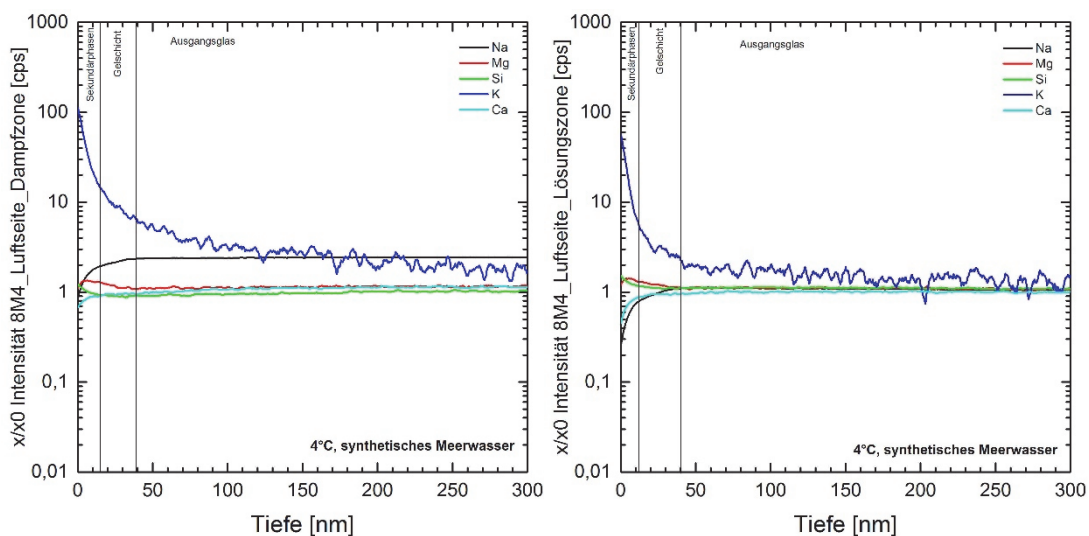


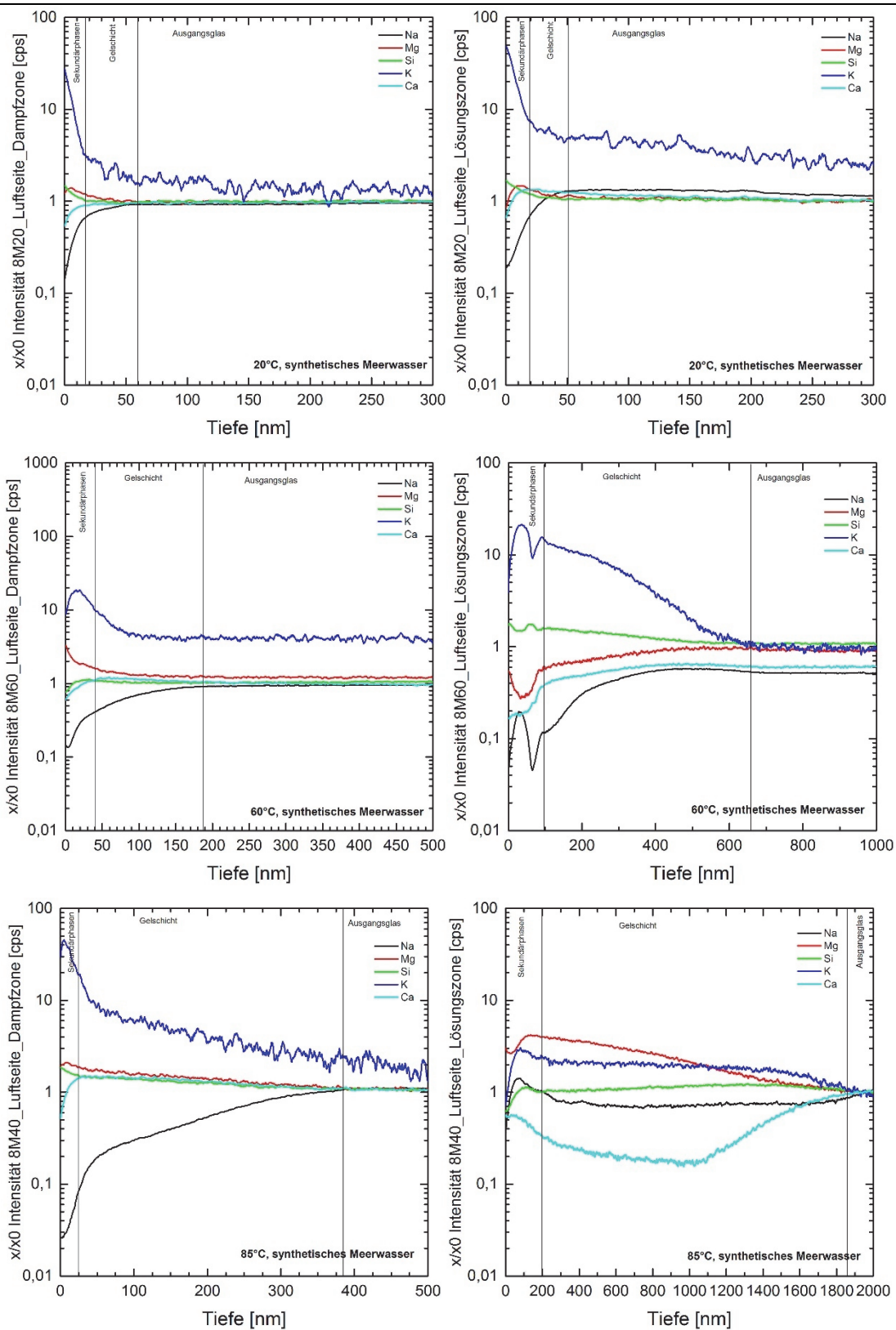
C.18 Abbildung 151: Auslaugungskurven der Luftseite von Probe FG1, 500 Tage in Sulfatlösung bei 4°C, 20°C, 60°C und 85°C. In der linken Spalte die Tiefenprofile der Dampfzone oberhalb des Wasserspiegels, in der rechten Spalte die Tiefenprofile aus der Lösungszone im Wasser.

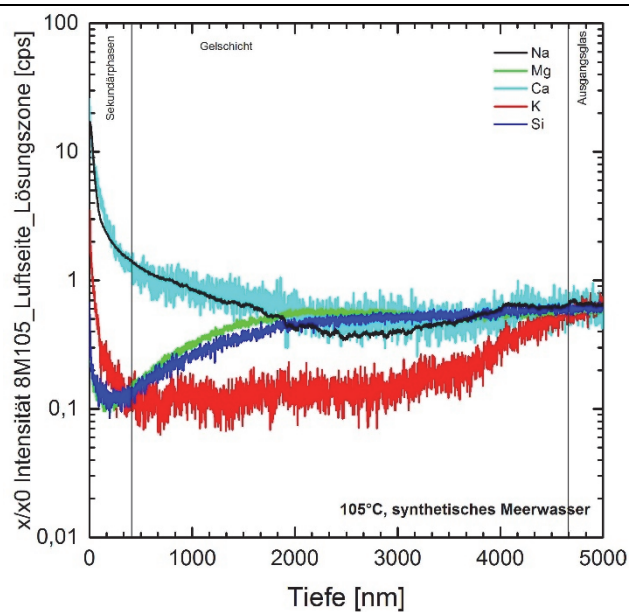




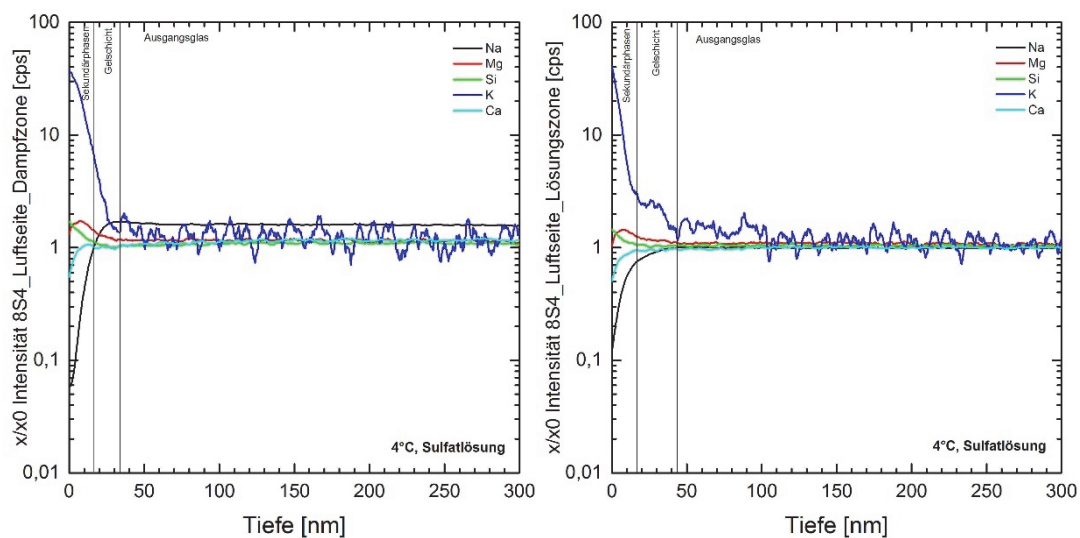
C.19 Abbildung 152: Auslaugungskurven der Luftseite von Probe FG8, 500 Tage in deionisiertem Wasser bei 4°C, 20°C, 60°C und 85°C. In der linken Spalte die Tiefenprofile der Dampfzone oberhalb des Wasserspiegels, in der rechten Spalte die Tiefenprofile aus der Lösungszone im Wasser.

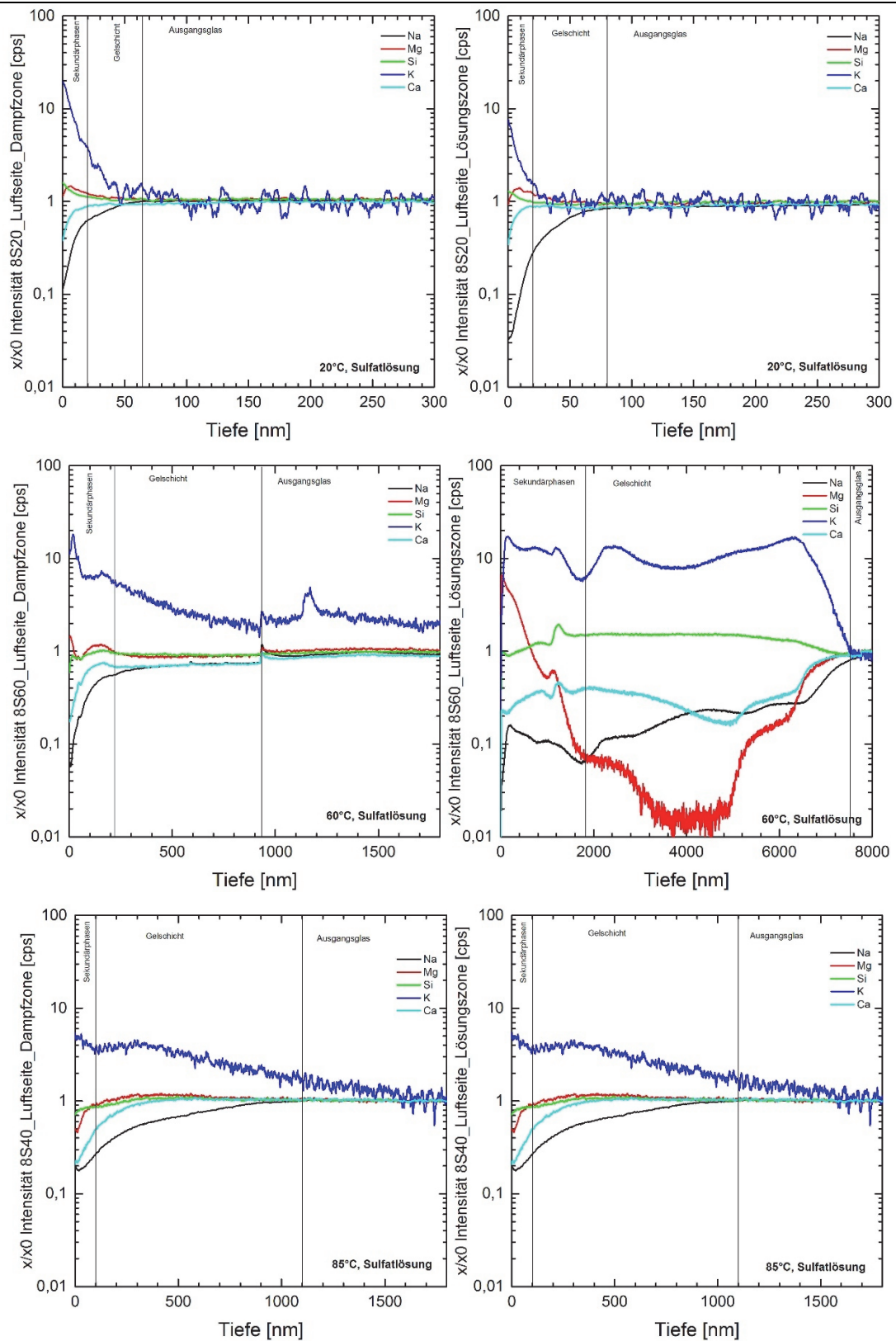




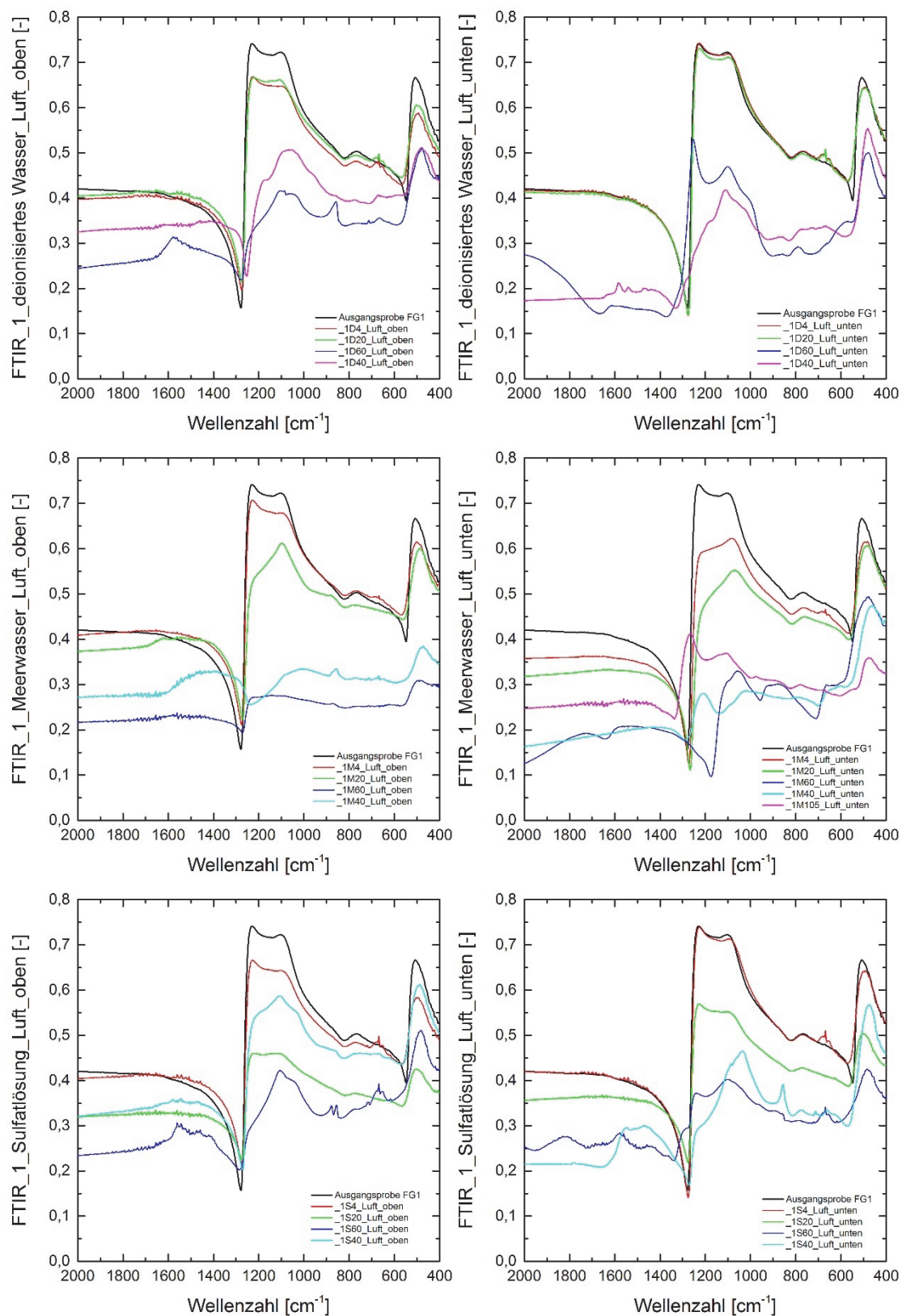


C.20 Abbildung 153: Auslaugungskurven der Luftseite von Probe FG8, 500 Tage in synthetischem Meerwasser bei 4°C, 20°C, 60°C und 85°C. In der linken Spalte die Tiefenprofile der Dampfzone oberhalb des Wasserspiegels, in der rechten Spalte die Tiefenprofile aus der Lösungszone im Wasser. Zum Schluss mittig die komplett in Lösung gegangene Probe bei 105°C.

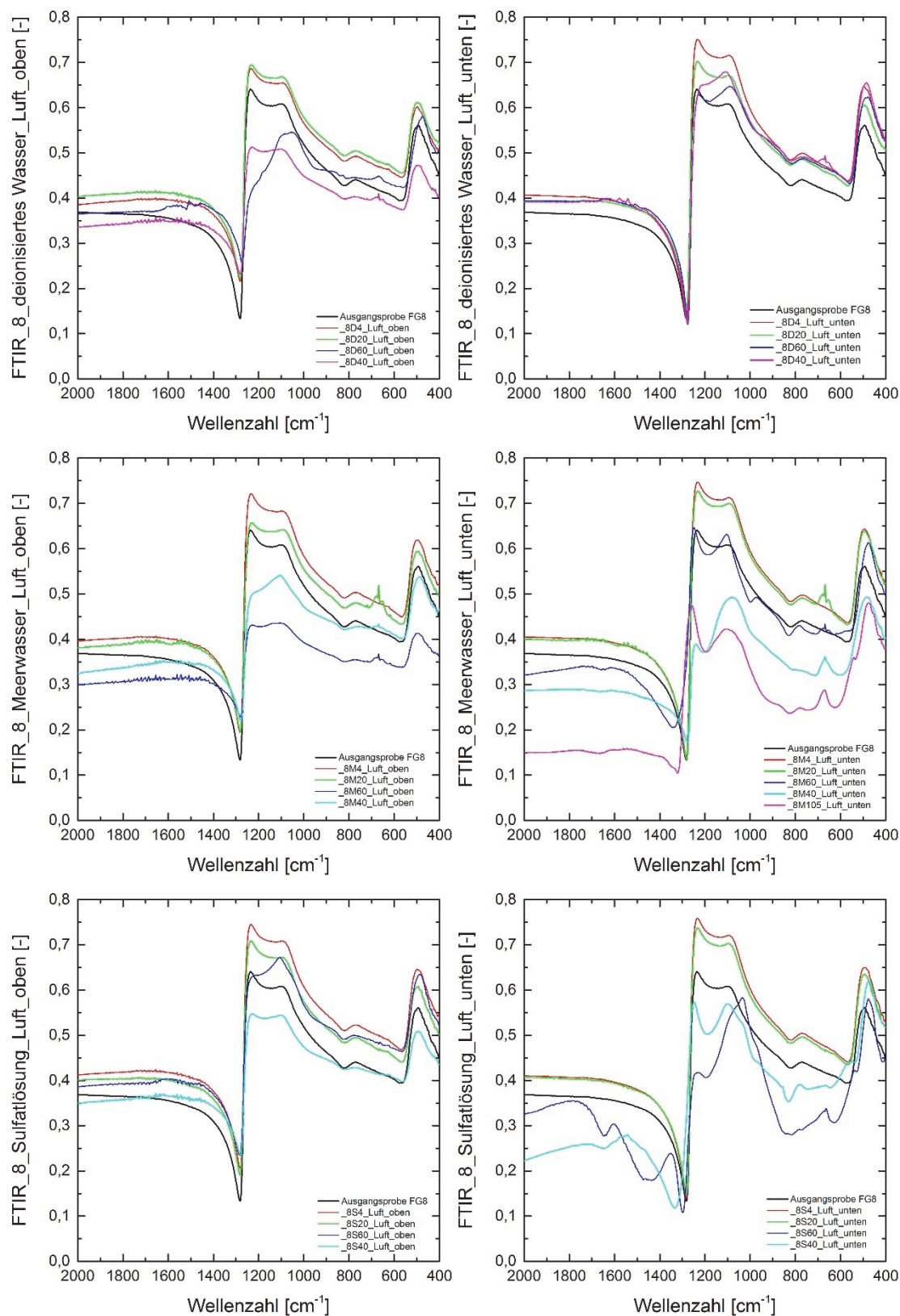




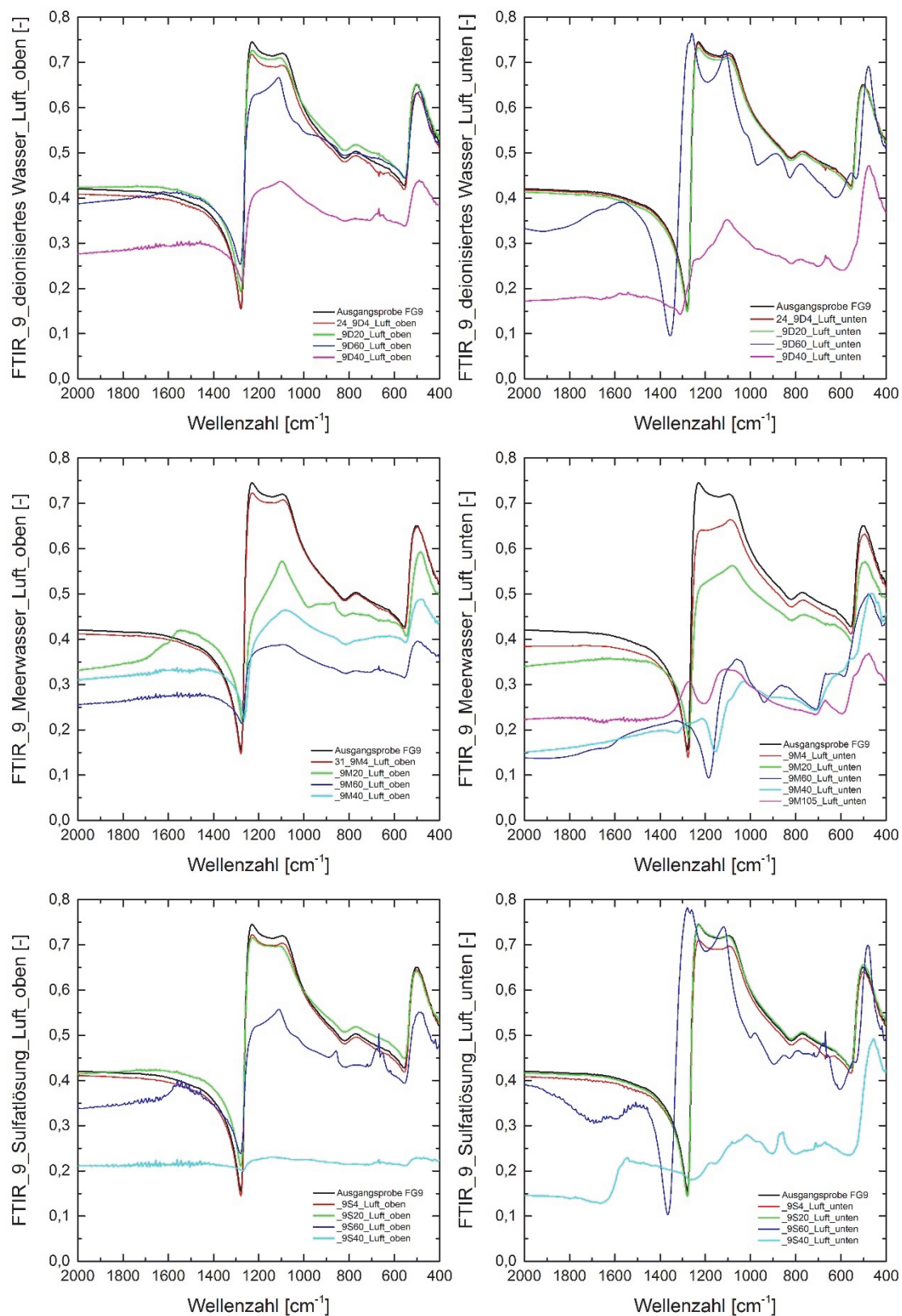
C.21 Abbildung 154: Auslaugungskurven der Luftseite von Probe FG8, 500 Tage in Sulfatlösung bei 4°C, 20°C, 60°C und 85°C. In der linken Spalte die Tiefenprofile der Dampfzone oberhalb des Wasserspiegels, in der rechten Spalte die Tiefenprofile aus der Lösungszone im Wasser.



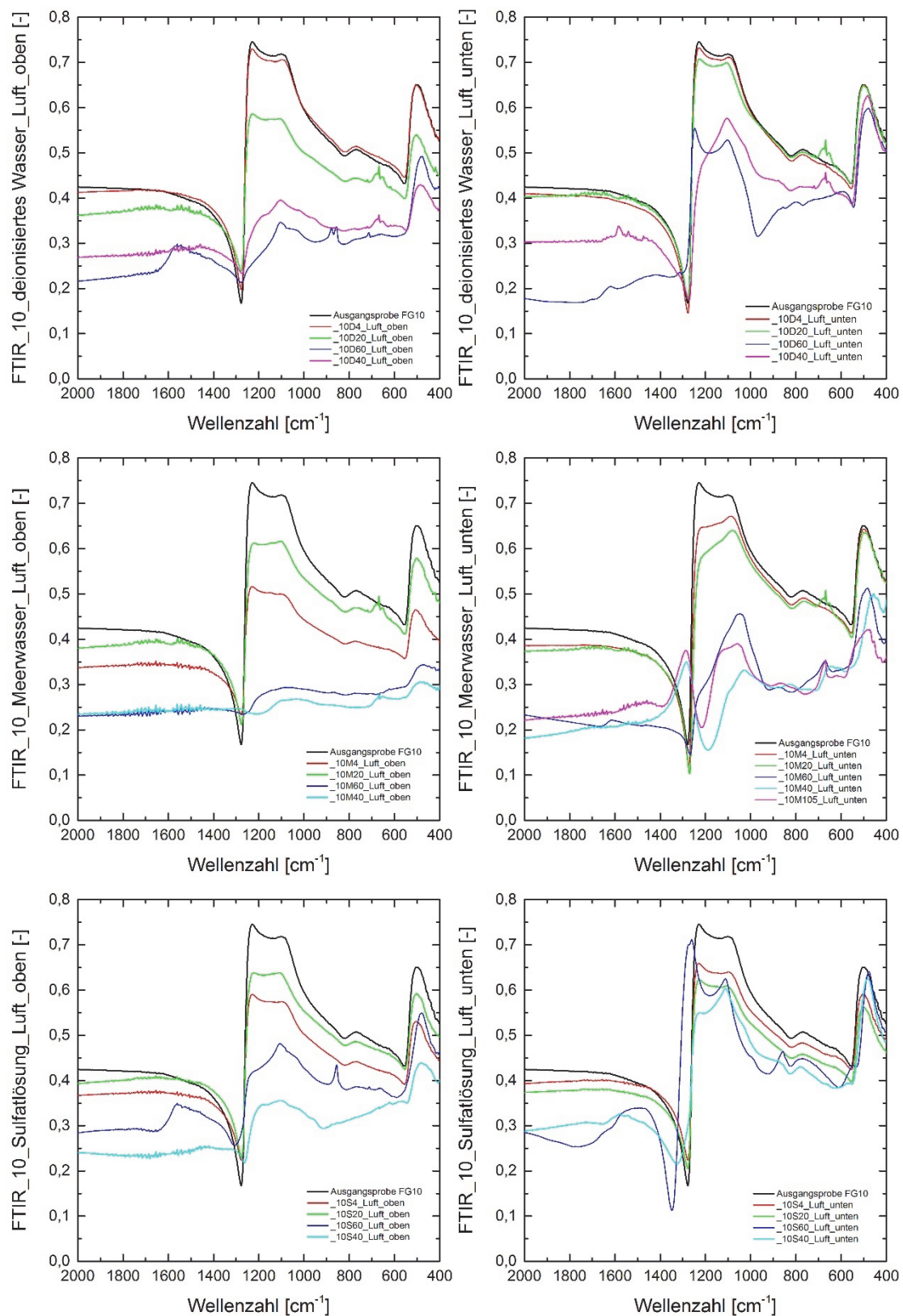
C.22 Abbildung 155: FTIR-Kurven der Probe FG1 Luftseite 500Tage Langzeitexperiment.



C.23 Abbildung 156: FTIR-Kurven der Probe FG8 Luftseite 500Tage Langzeitexperiment.



C.24 Abbildung 157: FTIR-Kurven der Probe FG9 Luftseite 500Tage Langzeitexperiment.



C.25 Abbildung 158 : FTIR-Kurven der Probe FG10 Luftseite 500Tage Langzeitexperiment.

Abbildungsverzeichnis

- Abbildung 1: Ebene Darstellung eines regelmäßigen SiO_2 -Kristallnetzwerks (links), eines unregelmäßigen SiO_2 -Glasnetzwerks (Mitte) und eines Netzwerks von Kalknatron-Floatglas (rechts). Beim Kalknatron-Silicatglas führt der Einbau von Natrium- und Calcium-Ionen zu Trennstellensauerstoffen, darüber hinaus kann Silizium teilweise durch Aluminium substituiert werden (verändert nach (6)). 5
- Abbildung 2: Das Floatverfahren im Schema. 1) Eingabe Gemenge, 2) Glasschmelze in der Schmelzwanne, 3) Regelschieber am Überlauf, 4) Heizung, 5) Einlass Formiergas, 6) Zinnbad, 7) Floatglas, 8) Transportband, 9) Schneiden, 10) Lagern (verändert nach (3)). 8
- Abbildung 3: Abhängigkeit der Extraktion von SiO_2 und Na_2O vom pH-Wert (Glasgrieff des Systems Na_2O - MgO - Al_2O_3 - SiO_2 in wässriger Lösung) (nach (20)). Während die Extraktion von SiO_2 bereits bei einem pH-Wert von > 4 deutlich ansteigt, ist dies bei Na_2O erst ab einem pH-Wert von > 10 der Fall. Darüber hinaus gibt es hier eine erhöhte Na-Löslichkeit im sauren Bereich von pH 0 - 4. 11
- Abbildung 4: Korrodierte Glasoberfläche mit den zwei Bereichen „Restglas“ und „wässriges System“, die durch eine Adsorptionsschicht voneinander getrennt sind (verändert nach Conradt 2008 (21)). 12
- Abbildung 5: Reaktionskinetik eines Silicatglases bei Exposition in wässriger Lösung (nach Conradt 2008 (21)). 1) elektrochemisches Oberflächengleichgewicht, 2) Ionenaustausch, 3) Auflösung Kieselsäuregerüst, 4) Kondensation von Silanol- zu Siloxangruppen, 5) schneller Stoffaustausch zwischen Grundglas und Lösung. 14
- Abbildung 6: Vereinfachter Aufbau eines Dickschicht-Solarmoduls. Die Solarzelle befindet sich zwischen zwei Kunststofffolien, die Unterseite kann aus opaker Folie oder Glas bestehen, die Oberseite besteht meist aus einem Walzglas (42). 22
- Abbildung 7: Vereinfachter Aufbau zweier Dünnschicht-Module. Links Superstrat-Aufbau: die Solarzelle wird von der Oxidschicht (TCO) sowie der EVA-Folie flankiert. Der untere und obere Abschluss wird jeweils von einem Glas gebildet. Rechts Substrat-Aufbau: Durch eine Atombarriere aus Si_3N_4 wird die Solarzelle mit Rückseitenkontakt (Molybdän) vom Substrat getrennt. Oberhalb der CIS-Solarzelle schließen sich Schichten aus TCO, EVA und das Deckglas an (43). 22
- Abbildung 8: Diamantspitzengeometrie des Vickers Indenter. Durch Aufbringung einer Kraft auf einen Werkstoff werden mit ihm pyramidenförmige Eindrücke erzeugt, die Aufschluss über mechanische Eigenschaften des Materials geben. 28
- Abbildung 9: Typische Be- und Entlastungskurve mit Rissbildung während der Entlastung nach (61), wie sie bei einem Indenter-Eindruck zu erwarten ist. 29
- Abbildung 10: Radialrisse und Half-Penny Risse (nach (61)) weisen beide Risse ausgehend von den Spitzwinkeln des Eindrucks auf. Ihre Unterscheidung ist jedoch schwierig, da ein senkrecht verlaufender Riss von der Eindrucksspitze ausgehend nicht im Auflichtmikroskop sichtbar gemacht werden kann. 30
- Abbildung 11: Sekundäre Radialrisse und Axialrisse (nach (61)). Sekundärrisse entstehen in der Nähe der Spitzwinkel, während Axialrisse an den Flanken des Eindrucks entstehen. 30
- Abbildung 12: Typische Rissbildung nach Indentereindruck (a) Lasermikroskop-Bild, b) schematische Zeichnung). Es entstehen neben 3 Radialrissen auch 5 nichtradiale Risse. Darüber hinaus ist an den hellen Reflexionen der kreisförmige

Verdichtungsbereich um den Eindruck herum zu erkennen, der durch die Kraftaufbringung entstanden ist.	31
Abbildung 13: Indentation Size Effect am Beispiel der Probe FG26. Die Härte H_V wird aus den Messwerten der Kräfte $P = 800 - 1500$ mN bestimmt, um einen Einfluss des ISE auszuschließen.	33
Abbildung 14: Um die Risslänge l zu bestimmen, werden der halbe Eindruckdurchmesser a sowie der Abstand zwischen Eindruckmitte und Risspitze c gemessen, da diese beiden Werte mit optischen Methoden exakter bestimmbar sind. Es folgt die Berechnung $l = c - a$.	34
Abbildung 15: Rissbildungswahrscheinlich (probability of crack initiation) PCI . Aus einer PCI von 50% ergibt sich der Risswiderstand (crack resistance) CR (nach (68))	36
Abbildung 16: a) ein Glasnetzwerk aus $[\text{SiO}_2]$ -Tetraedern, die über Brückensauerstoffe (BO) verbunden sind, b) der Netzwerkwandler Na^+ sorgt für Trennstellensauerstoffe (NBO) am $[\text{SiO}_2]$ -Tetraeder, was die Struktur besonders in Hinblick auf Korrosion schwächt (nach (73)).	40
Abbildung 17: links: Beispielhafte Abbildung eines Glases mit sehr geringem Eisengehalt (Probe FG22) und damit verbundener höherer Transmission, sowie eines Glases mit höherem Eisengehalt (Probe FG2) und geringerer Transmission. Deutlich zu erkennen ist, dass besonders Fe^{2+} die Transmission reduziert. Rechts: Schema zum Ablesen von I und Berechnung der Extinktion nach $E = -\lg I/I_0$.	45
Abbildung 18: $L^*a^*b^*$ Farbschema mit den Achsen weiß ($L^* = 100$), schwarz ($L^* = 0$), grün ($-a^*$), rot ($+a^*$), blau ($-b^*$) und gelb ($+b^*$).	46
Abbildung 19: Absorptionsbanden der Molekülgruppen und deren Schwingungen entsprechend Tabelle 1 am Beispiel eines Standard-Floatglases, gemessen per IRRS-Spektrometrie.	49
Abbildung 20: a) Aufbau des TEC innerhalb des Klimaschranks. Das Peltier-Element selbst hat eine Größe von $4 \times 4 \times 0,5$ cm. b) TEC im Klimaschrank Espec Bench-Top SH-241. Die Prüfkammer hat die Abmessung $30 \times 30 \times 25$ cm, Nutzraumvolumen 22,5 l. Die Kühlung wird jeweils für 15 Minuten eingeschaltet, wonach sie für 15 Minuten ausgeschaltet wird. Dadurch werden Kondensations- bzw. Trocknungszyklen erzeugt.	55
Abbildung 21: Zyklischer Ablauf des Experiments. Für einen Zeitraum von $d = 15$ min wird das Peltier-Element eingeschaltet, es kommt zur Kondensatbildung auf der Probe durch Abkühlung der Probe um $\Delta t \sim 20$ °C. Für weitere 15 Minuten wird die Kühlung abgeschaltet, damit eine Abtrocknung der Oberfläche stattfinden kann, die Probe erwärmt sich erneut auf Innenraum-Temperatur $t = 40$ °C. Nach diesem Verfahren sind insgesamt 2 komplette Zyklen pro Stunde möglich.	56
Abbildung 22: Schematischer Aufbau des Langzeitexperiments: Die Glasprobe von 2×8 cm Größe steht schräg im Gefäß, sodass sie sich jeweils zur Hälfte in der Lösung bzw. im Dampf befindet. Das Gefäß ist fest verschlossen und steht im Trockenschrank, der auf die entsprechende Temperatur des Experiments eingestellt ist.	57
Abbildung 23: SA/V der Proben im Langzeitversuch über 500 Tage (unterer Bereich in Lösungszone).	59
Abbildung 24: Vergleich der Messdaten aus RFA und La-ICPMS für SiO_2 (links) und Al_2O_3 (rechts). Per La-ICPMS konnten die geringen Konzentrationen von Al_2O_3 gleichwertig zur RFA-Messung bestimmt werden, während SiO_2 in seinen deutlich höheren Anteilen leicht überbestimmt wird.	60

Abbildung 25: Vergleich der Messdaten aus RFA und La-ICPMS für Na ₂ O (links) und CaO (rechts). Beide Oxide werden per RFA überbestimmt.	61
Abbildung 26: Vergleich der Messdaten aus RFA und La-ICPMS für MgO (links) und K ₂ O (rechts). Die Messwerte beider Methoden sind sehr konsistent.	61
Abbildung 27: Verhältnis der MgO und CaO Gehalte der Ausgangsgläser. Die Proben FG1, FG8, FG9, FG10 und FG26 wurden farblich herausgestellt, da sie im Weiteren näher untersucht wurden.	62
Abbildung 28: Verhältnis der Al ₂ O ₃ und SiO ₂ Gehalte der Ausgangsgläser. Die Proben FG1, FG8, FG9, FG10 und FG26 wurden farblich herausgestellt, da sie im Weiteren näher untersucht wurden.	63
Abbildung 29: Nichtbrückensauerstoffe pro Tetraeder (NBO/T) der Ausgangsproben FG1-FG26. FG8 und FG26 zeigen die niedrigsten Werte, während FG2 und FG1 die höchsten Werte aufweisen.	64
Abbildung 30: Ternäres Diagramm zur Oxidzusammensetzung der Proben. Die Werte sind anteilig angegeben und summieren sich auf den normierten Wert 1.	64
Abbildung 31: Lineare Abhängigkeit der Farbmessung am Colorlite Handmessgerät bzw. der a*-Achse (grün-rot) mit dem Eisen-Gesamtgehalt (links) sowie der Fe ²⁺ -Konzentration (rechts).	66
Abbildung 32: Die a*-Achsenwerte der Farbmessungen zeigen einen deutlichen Zusammenhang mit der Transmission der Gläser. Die Messung mit dem Colorlite Handgerät (links) ist auf Grund eines erhöhten Messfehlers etwas ungenauer als die des stationären Gerätes Lambda (rechts).	66
Abbildung 33: Vergleich der mechanischen Eigenschaften aller Gläser. Dargestellt sind Moduln und Poissonzahl der Gläser FG1 – FG26.	67
Abbildung 34: Vergleich der volumetrischen Eigenschaften aller Gläser. Dargestellt sind molares Volumen, Dichte und Packungsdichte der Gläser FG1 – FG26.	68
Abbildung 35: Härte (H_V) der Ausgangsproben FG1 – FG26 (einzelne Messwerte links, Verteilungsdiagramm rechts). Es zeigt sich, dass die Luftseiten der Proben mehrheitlich im Bereich von $H_V = 6,4$ bis $6,6$ GPa liegen (41,17 % der Proben), während die Mehrheit der Badseiten im Bereich $H_V = 6,6$ bis $6,8$ GPa liegt (35,29 % der Proben) und diese somit eine tendenziell höhere Härte aufweisen.	69
Abbildung 36: Sprödheit (B) der Ausgangsproben FG1 – FG26 (einzelne Messwerte links, Verteilungsdiagramm rechts). Während auf der Luftseite 11,76 % der Proben gar keine Rissbildung zeigten ($B = 0 \mu\text{m}^{-1/2}$), ist dies auf der Badseite nicht der Fall. Die Sprödheit ist auf der Badseite insgesamt leicht erhöht.	70
Abbildung 37: Bruchzähigkeit (K_{IFT}) der Ausgangsproben FG1 – FG26 (einzelne Messwerte links, Verteilungsdiagramm rechts). Der überwiegende Teil der Proben liegt im Bereich $K_{IFT} = 0,5$ bis $0,7 \text{ MPa m}^{-1/2}$, wobei die Bruchzähigkeit der Badseiten tendenziell etwas niedriger liegt als die Bruchzähigkeit der Luftseiten. Zwei Proben zeigten auf der Luftseite gar keine Rissbildung (FG6 und FG10).	71
Abbildung 38: Beim Risswiderstand (CR) zeigen sich deutliche Unterschiede zwischen Luft- und Badseiten der Proben FG1 – FG26. Während bei den Badseiten CR am Häufigsten im Bereich von 300 bis 700 mN zu finden ist, liegt der Wert der Luftseiten im Bereich von 900 bis 1300 mN und somit deutlich höher.	71
Abbildung 39: Vergleich zweier Messungen mit $\Delta t = 18$ Monate. Bestimmung des Risswiderstands im Jahr 2010 (oben) und im Jahr 2012 (unten) anhand von Radialrissen (300 – 1500 mN), Lagerung der Proben bei regulären Klimabedingungen ($21 \text{ }^\circ\text{C} \pm 4 \text{ }^\circ\text{C}$ und $40 \text{ \%rF} \pm 5 \text{ \%}$). Es wird deutlich, dass sich die Werte der Luftseiten in höhere Bereiche verschoben haben, während der	

Risswiderstand der Badseiten sogar insgesamt etwas abnimmt. Die Varianz der Proben ist insgesamt nach 18 Monaten Lagerung erhöht (gelb hinterlegter Bereich).	73
Abbildung 40: Rissanzahl durch Indentation der Ausgangsproben FG1 – FG26. Radialrisse und sekundäre Radialrisse auf der Luftseite (oben) sowie auf der Badseite (unten).	74
Abbildung 41: Anzahl der Radialrisse und der sekundären Radialrisse in Abhängigkeit der aufgebrachten Kraft bei Probe FG1 – FG26 auf der Luftseite (Probe FG6 und FG10 fehlen, dass sie im Bereich bis 1500 mN keine Risse zeigten).	75
Abbildung 42: Transmissionskurven der Floatgläser FG1 – FG26. Die Eisenbande im Bereich von 1000 – 1200 nm ist bei einigen Proben deutlich zu erkennen und spiegelt deren höheren Eisengehalt und dadurch bedingt einen höheren Fe^{2+} -gehalt wieder. Eine Messung wurde mit Sphäre durchgeführt (links), eine Messung ohne Sphäre (rechts).	76
Abbildung 43: Solare Transmission der Floatgläser FG1 – FG26 mit und ohne Streulichtanteil. Den höchsten Streulichtanteil bei insgesamt nahezu geringster solaren Transmission zeigt Probe FG21.	77
Abbildung 44: Transmission der Ausgangsgläser im sichtbaren Bereich von 380 – 780 nm. Den höchsten Streulichtanteil bei insgesamt nahezu geringster Transmission im sichtbaren Bereich zeigt Probe FG21.	78
Abbildung 45: Transmission der Ausgangsgläser im ultravioletten Bereich von 280 – 380 nm. Einen hohen Streulichtanteil bei sehr geringer Transmission im UV-Bereich zeigen Probe FG1 und FG3.	78
Abbildung 46: Reflexionskurven der Gläser FG1 – FG26. Die Proben zeigen bei verschiedenen Wellenlängen unterschiedliche Reflexionsintensitäten. Probe FG8 hat eine insgesamt sehr hohe Reflexion.	79
Abbildung 47: solare Reflexion der Proben FG1 – FG26. FG7 und FG erreichen Werte > 10 % Reflexion. Die Reflexion der Probe FG 21 ist mit < 9 % hingegen am niedrigsten.	80
Abbildung 48: visible Reflexion der Ausgangsgläser im sichtbaren Bereich von 380 – 780 nm. FG7, FG8 und FG26 erreichen Werte > 9 % Reflexion.	81
Abbildung 49: UV Reflexion der Ausgangsgläser im sichtbaren Bereich von 280 – 380 nm. FG4 und FG12 haben Werte < 8 % Reflexion, > 11 % Reflexion erreichen FG16, FG22 und FG26.	81
Abbildung 50: FT-IRRS-Messungen der Luftseiten der Ausgangsgläser FG1 – FG26. Es zeigen sich lediglich geringe Unterschiede bei allen gemessenen Gläsern.	82
Abbildung 51: Na-Laugungstiefe der Ausgangsgläser FG1 – FG26. Der Na-Gehalt nimmt zur Oberfläche hin ab. Eine besonders geringe Laugungstiefe auf der Luftseite zeigt FG12 mit < 25 nm, eine große Laugungstiefe von > 125 nm hat FG1.	83
Abbildung 52: Ca-Laugungstiefe der Ausgangsgläser FG1 – FG26. Der Na-Gehalt nimmt zur Oberfläche hin ab. Die Laugungstiefen liegen bei 10 – 30 nm und unterscheiden sich somit nicht stark voneinander.	84
Abbildung 53: Mg-Anreicherungstiefe der Ausgangsgläser FG1 – FG26. Der Mg-Gehalt nimmt zur Oberfläche hin zu, die genannte Tiefe nennt den Bereich, in dem der Mg-Gehalt wieder dem der Bulk-Zusammensetzung des Glases entspricht.	85
Abbildung 54: K-Anreicherungstiefe der Ausgangsgläser FG1 – FG26. Der K-Gehalt nimmt zur Oberfläche hin zu, die genannte Tiefe nennt den Bereich, in dem der K-Gehalt wieder dem der Bulk-Zusammensetzung des Glases entspricht.	85

Abbildung 55: Si- Anreicherungstiefe der Ausgangsgläser FG1 – FG26. Der Si-Gehalt nimmt zur Oberfläche hin zu, die genannte Tiefe nennt den Bereich, in dem der Si-Gehalt wieder dem der Bulk-Zusammensetzung des Glases entspricht.	86
Abbildung 56: Indentation Size Effect (ISE) der Proben FG8 und FG26 bei einer Indenterbeprobung von 300 – 1500 mN (Eindringtiefe 1200 – 3000 nm).	89
Abbildung 57: Härte H_V (800 mN – 1500 mN) der Probe FG8 (links) und Probe FG26 (rechts) im Verlauf der Zeit.	90
Abbildung 58: Sprödheit B (800 mN – 1500 mN) der Probe FG8 (links) und Probe FG26 (rechts) im Verlauf der Zeit.	90
Abbildung 59: Bruchzähigkeit K_{IFT} (800 mN – 1500 mN) der Probe FG8 (links) und Probe FG26 (rechts) im Verlauf der Zeit. Die Bruchzähigkeit wird nach längerer Versuchsdauer bei TEC im Vergleich zu 85/85 teils deutlich reduziert.	91
Abbildung 60: Rissinitiierungswahrscheinlichkeit (PCI) der Proben FG8 (Damp-Heat-Experiment oben links, zyklischer Kondensationstest oben rechts) und FG26 (Damp-Heat-Experiment unten links, zyklischer Kondensationstest unten rechts) im Verlauf der Dauer des Experiments bei Kräften von 300 mN – 1500 mN per Nanoindentation.	93
Abbildung 61: Risswiderstand (CR) der Proben FG8 und FG26 im zeitlichen Verlauf des Experiments. Nach TEC findet eine Rissbildung tendenziell früher statt, während es nach 85/85 häufig erst bei höheren Kräften oder gar nicht mehr (im Bereich bis 1500 mN) zur Rissbildung kommt.	94
Abbildung 62: Anzahl der Radialrisse bzw. der Sekundärradialrisse im Verlauf der Zeit (FG8 links, FG26 rechts). Die Anzahl der Sekundärradialrisse bei FG26 nach TEC liegt deutlich niedriger als die der Radialrisse. Dies korreliert mit den auffällig geringen Laugungstiefen dieser Probe.	95
Abbildung 63: Tiefenprofile der Proben FG8 und FG26 nach 1 – 25 Tagen im Klimaschrank. Insgesamt sehr geringe Laugungstiefen zeigt die Probe FG26 nach TEC.	96
Abbildung 64: Na-Tiefenprofile der Proben FG8 und FG26 im Verlauf des Experiments (85/85 links, TEC rechts).	97
Abbildung 65: Mg-Tiefenprofile der Proben FG8 und FG26 im Verlauf des Experiments (85/85 links, TEC rechts).	98
Abbildung 66: Hydratisierungstiefe (OH) der Proben FG8 und FG26 im Verlauf der Experimente im Klimaschrank (Damp-Heat-Test links, zyklischer Kondensationstest rechts) (SNMS-Tiefenprofil).	99
Abbildung 67: Veränderung der Rauheit im Verlauf der Klimaschrankexperimente, FG8 und FG26, Luftseite. Die fehlerbehaftete Messung lässt eine exakte Bestimmung der Rauheit bereits nach kurzer Dauer des Experiments ($d = 3$ Tage) kaum zu. Tendenziell steigt die Rauheit stetig an.	101
Abbildung 68: Zunahme der Oberflächenrauheit im Nanomaßstab der Probe FG8 nach 7 Tagen TEC (rechts) im Vergleich zu 7 Tagen 85/85 (links) (Messung per AFM, SIS Ultra Objective). Die Erhebungen auf der Oberfläche haben einen ungefähren Durchmesser von 50 – 300 nm.	101
Abbildung 69: Darstellung der Oberfläche von FG8 nach 1, 3, 5, 7, 10, 15, 20 und 25 Tagen im Klimaschrank. Damp-Heat-Test (linke Spalte) und zyklischer Kondensationstest (rechte Spalte).	102
Abbildung 70: Darstellung der Oberfläche von FG26 nach 1, 3, 5, 7, 10, 15, 20 und 25 Tagen im Klimaschrank. Damp-Heat-Test (linke Spalte) und zyklischer Kondensationstest (rechte Spalte).	103

Abbildung 71: Vergleich der Veränderung der Transmissionskurven der Probe FG8. 85/85 (links) und zyklischer Kondensationstest auf TEC (rechts). Die unbehandelte Ausgangsprobe FG8 ist fett (schwarz) dargestellt.	104
Abbildung 72: Vergleich der Veränderung der solaren Transmission und des Streulichts der Klimaschrankexperimente für Probe FG8. 85/85-Test (links) und zyklischer Kondensationstest auf TEC (rechts).	105
Abbildung 73: Vergleich der Veränderung der Transmissionskurven der Probe FG26. 85/85-Test (links) und zyklischer Kondensationstest auf TEC (rechts). Die unbehandelte Ausgangsprobe FG26 ist fett (schwarz) dargestellt.	106
Abbildung 74: Vergleich der Veränderung der solaren Transmission und des Streulichts der Klimaschrankexperimente für Probe FG26. 85/85-Test (links) und zyklischer Kondensationstest auf TEC (rechts).	106
Abbildung 75: Vergleich der solaren Reflexion der Proben FG8 und FG26 nach Dampf-Heat-Test und zyklischem Kondensationstest im Klimaschrank. Die Reflexion von FG8 liegt (bis auf zwei Ausnahmen) stets deutlich höher als bei FG26.	107
Abbildung 76: Veränderungen im FT-IRRS-Spektrogramm der Proben FG8 (Dampf-Heat-Test oben links, zyklischer Kondensationstest auf TEC oben rechts) und FG26 (Dampf-Heat-Test unten links, zyklischer Kondensationstest auf TEC unten rechts).	108
Abbildung 77: TO ₃ -Fingerprint Bereich der Gläser FG8 und FG26 im FT-IRRS-Spektrum nach 85/85-Test (links) sowie TEC-Test (rechts) im Klimaschrank nach $d = 7 - 25$ Tage. FG26 zeigt nach TEC die Abflachung der TO ₃ -Bande bis zu einer Schulter sowie teils sehr starke Abnahme der LO ₃ -Bande.	109
Abbildung 78: Zustand der Gläser nach 500 Tagen Einlagerung in deionisiertem Wasser (obere Hälfte des Glases in Dampfphase, untere Hälfte in Lösung)	112
Abbildung 79: Zustand der Gläser nach 500 Tagen Einlagerung in synthetischem Meerwasser (obere Hälfte des Glases in Dampfphase, untere Hälfte in Lösung. Lediglich die 105°C Proben im Autoklaven waren komplett mit Wasser bedeckt.).	113
Abbildung 80: Zustand der Gläser nach 500 Tagen Einlagerung in Natriumsulfatlösung (obere Hälfte des Glases in Dampfphase, untere Hälfte in Lösung)	114
Abbildung 81: Gewichtsveränderung der Proben nach dem Langzeitexperiment über 500 Tage in drei verschiedenen Lösung. Die erste Messung erfolgte direkt nach Entnahme aus den Probengefäßen und Trocknung per Druckluft (gefüllte Punkte), die zweite Messung nach einer Reinigung im Ultraschallbad und 3 Monaten Trocknungszeit (ungefüllte Punkte).	116
Abbildung 82: pH-Wert-Änderung der Lösungen der Probe FG1 (links) und FG8 (rechts) bei den verschiedenen Temperaturen, gemessen nach 500 Tagen. Im Meerwasser zeigt sich ein deutlicher pH-Wert-Abfall bei Temperaturen > 20 °C.	117
Abbildung 83: pH-Wert-Änderung der Lösungen der Probe FG9 (links) und FG10 (rechts) bei den verschiedenen Temperaturen, gemessen nach 500 Tagen. Im Meerwasser zeigt sich ein deutlicher pH-Wert-Abfall bei Temperaturen > 20 °C.	118
Abbildung 84: Gelöste Ionen der Proben FG1, FG8 FG9 und FG10 in deionisiertem Wasser, eingelagert über 500 Tage bei verschiedenen Temperaturen.	119
Abbildung 85: Gelöste Ionen der Proben FG1, FG8 FG9 und FG10 in künstlichem Meerwasser, eingelagert über 500 Tage bei verschiedenen Temperaturen.	120
Abbildung 86: Gelöste Ionen der Proben FG1, FG8 FG9 und FG10 in Natriumsulfatlösung, eingelagert über 500 Tage bei verschiedenen Temperaturen.	121

- Abbildung 87: Si-Ionen in den Lösungen der Proben FG1, FG8, FG9 und FG10 nach Beendigung des Langzeitexperiments bei verschiedenen Temperaturen. 122
- Abbildung 88: Probe FG1 (deionisiertes Wasser, 85 °C), a) zeigt Alterationsprodukte sowie starke Rissbildung und Abschälung mittig auf der Luftseite der Probe in der Dampfzone, b) zeigt die entsprechende Zusammensetzung im EDX-Linescan (gelber Pfeil). c) und d) Korrosionsschichten auf der Luftseite der Probe in Lösungszone. Die Position der EDX-Analyse in d) ist mit einem Kreuz markiert. 124
- Abbildung 89: Probe FG8 (deionisiertes Wasser, 85 °C), a) zeigt einen Bereich in der Dampfzone, b) eine Ausschnittvergrößerung desselben. c) und d) zeigen Bereiche in der Lösungszone, die Schichtdicke beträgt ca. 13 µm (Keyence-3D-Lasermikroskop Profilmessung). 126
- Abbildung 90: FG1 (deion. Wasser, 85 °C) a) Luftseite in Lösungszone und b) Badseite in Lösungszone. FG8 (deion. Wasser, 85 °C) c) Luftseite in Lösungszone und d) Badseite in Lösungszone. Probe FG1 ist deutlich empfindlicher gegenüber mechanischer Beanspruchung, es kommt zum Abplatzen der korrosionsbedingten Oberflächenschichten. FG8 zeigt besonders auf der Luftseite kaum Rissbildung oder Abplatzungen. 127
- Abbildung 91: Nanoindentation auf der Luftseite in Lösung bei a) FG9 (deion. Wasser, 85 °C) und bei b) FG10 (deion. Wasser, 85 °C). Während bei FG9 starke Abplatzungen zu erkennen sind, sind die Eindrücke auf FG10 kaum sichtbar. 128
- Abbildung 92: a) und b) FG1 15_1S40 (85 °C) Luftseite in Dampfzone, c) FG1 15_1S40 (85 °C) Badseite im Bereich des Wasserspiegels, d) FG1 15_1S40 (85 °C) Badseite in Lösungszone. 129
- Abbildung 93: a) und b) FG10 18_10S40 (85 °C) Luftseite Mitte, c) FG10 18_10S40 (85 °C) Badseite Dampfzone, d) FG10 18_10S40 (85 °C) Badseite in Lösungszone. 130
- Abbildung 94: FG1 (Natriumsulfatlösung, 85 °C) a) Luftseite in Lösungszone und c) Badseite in Lösungszone. FG10 (deion. Wasser, 85 °C) b) Luftseite in Lösungszone und d) Badseite in Lösungszone. 131
- Abbildung 95: a) FG9 nach Sulfatlösung, 60 °C, Luftseite in Lösung und b) FG1 nach Meerwasser, 105 °C Luftseite in Lösung (mit Indentereindrücken). Die Proben erscheinen in der bildgebenden Messung durch 3D-Lasermikroskop deutlich irisierend. 133
- Abbildung 96: a) FG1 8_1M40 (85 °C) Luftseite in Dampfzone, b) und c) FG1 8_1M40 (85 °C) Luftseite im Bereich Wasserspiegel, d) FG1 8_1M40 (85 °C) Luftseite Lösungszone 134
- Abbildung 97: a) und b) FG10 11_10M40 (85 °C) Luftseite in Dampfzone, c und d) FG10 11_10M40 (85 °C) Luftseite Lösungszone. 135
- Abbildung 98: a) und b) FG1 64_1D60 (60 °C) Luftseite im Bereich Wasserspiegel, c) FG1 64_1D60 (60 °C) Luftseite in Dampfzone d), e und f) FG1 64_1D60 (60 °C) Luftseite Lösungszone (der Pfeil markiert den Verlauf des Linescans). 136
- Abbildung 99: a) und b) FG10 67_10D60 (60 °C) Luftseite in Dampfzone, c) FG10 67_10D60 (60 °C) Luftseite im Bereich Wasserspiegel und d) FG10 67_10D60 (60 °C) Luftseite Lösungszone. 137
- Abbildung 100: a) FG1 22_1D4 (4 °C) Luftseite in Dampfzone, b) FG9 31_9M4 (4 °C) Luftseite in Dampfzone, c) FG10 11_10M40 (85 °C) Luftseite in Dampfzone, d) FG9 87_9M105 (105 °C) Badseite in Lösungszone. 138
- Abbildung 101: a) und b) FG9 3_9D40 Luftseite Dampfzone, c) und d) 6_SD40 Floatglas mit poröser SiO₂-Beschichtung, Luftseite in Dampfzone. 140

Abbildung 102: a) FG1 nach synthetischem Meerwasser, 105 °C, b), c) und d) FG8 nach Meerwasser, 105 °C.	141
Abbildung 103: a), b), c) und d) FG10 nach synthetischem Meerwasser, 105 °C.	142
Abbildung 104: FG10 in Natriumsulfatlösung bei 60 °C. Der EDX-Linescan zeigt, dass sich in den konzentrischen Kreisen bzw. Liesegang-Ringen besonders die Konzentrationen von Mg, Na und Mg unterscheiden. Da es sich um eine an Si-angereicherte Oberflächenschicht handelt, ist der Si-Gehalt grundsätzlich ausgesprochen hoch.	143
Abbildung 105: Härte: Ergebnisse der mechanischen Beprobung (Indenter 500 – 2000 gf) an Probe FG1, FG8, FG9 und FG10 nach 500 Tagen Langzeitversuch.	145
Abbildung 106: Bruchzähigkeit (K_{IFT}) und Sprödheit (B): Ergebnisse der mechanischen Beprobung (Indenter 500 – 2000 gf) an Probe FG1, FG8, FG9 und FG10 nach 500 Tagen Langzeitversuch.	146
Abbildung 107: Rissinitiierungswahrscheinlichkeit (PCI) der Probe FG1 in Dampfzone (links) und Lösungszone (rechts). Die Ausgangsprobe ist zum Vergleich in schwarz ebenfalls dargestellt.	147
Abbildung 108: Rissinitiierungswahrscheinlichkeit (PCI) der Probe FG8 in Dampfzone (links) und Lösungszone (rechts). Die Ausgangsprobe ist zum Vergleich in schwarz ebenfalls dargestellt.	148
Abbildung 109: Rissinitiierungswahrscheinlichkeit (PCI) der Probe FG9 in Dampfzone (links) und Lösungszone (rechts). Die Ausgangsprobe ist zum Vergleich in schwarz ebenfalls dargestellt.	148
Abbildung 110: Rissinitiierungswahrscheinlichkeit (PCI) der Probe FG10 in Dampfzone (links) und Lösungszone (rechts). Die Ausgangsprobe ist zum Vergleich in schwarz ebenfalls dargestellt.	149
Abbildung 111: Luftseite der Probe FG1 (obere zwei Diagramme, Dampfzone ganz oben, Lösungszone darunter) und FG 8 (untere zwei Diagramme, Dampfzone oben, Lösungszone darunter) 500 Tage in deionisiertem Wasser.	151
Abbildung 112: Luftseite der Probe FG1 (obere zwei Diagramme, Dampfzone ganz oben, Lösungszone darunter) und FG 8 (untere zwei Diagramme, Dampfzone oben, Lösungszone darunter) 500 Tage in synthetischem Meerwasser.	153
Abbildung 113: Luftseite der Probe FG1 (obere zwei Diagramme, Dampfzone ganz oben, Lösungszone darunter) und FG 8 (untere zwei Diagramme, Dampfzone oben, Lösungszone darunter) 500 Tage in Sulfatlösung.	155
Abbildung 114: Beispielhafte Abbildung für ein Profil (alle weiteren Profile befinden sich im Anhang). Die Zone der Sekundärphasen zeigt Abreicherung besonders von K, Na und Ca an der direkten Glasoberfläche, danach eine alternierende Elementkonzentration im Bereich der Sekundärphasen. In der Gelschicht sind Si und K angereichert, während Na und Mg abgereichert sind, ab ~ 2500 nm ist das Ausgangsglas erreicht.	156
Abbildung 115: Transmission der Luftseite von Probe FG1 (linke Spalte) und FG8 (rechte Spalte) im Langzeitversuch über 500 Tage („oben“ = Dampfzone, „unten“ = Lösungszone).	158
Abbildung 116: Transmission der Luftseite von Probe FG9 (linke Spalte) und FG10 (rechte Spalte) im Langzeitversuch über 500 Tage („oben“ = Dampfzone, „unten“ = Lösungszone).	160
Abbildung 117: Reflexion der Luftseiten der Proben FG1, FG8, FG9 und FG10 nach 500 Tagen in verschiedenen Lösungen („oben“ = Dampfzone, „unten“ = Lösungszone).	161

Abbildung 118: FG1 Bandenverschiebung in der Dampfzone (links) und Lösungszone (rechts) bei verschiedenen Temperaturen im Verlauf des Experiments.	162
Abbildung 119: FG8 Bandenverschiebung in der Dampfzone (links) und Lösungszone (rechts) bei verschiedenen Temperaturen im Verlauf des Experiments.	163
Abbildung 120: FG9 Bandenverschiebung in der Dampfzone (links) und Lösungszone (rechts) bei verschiedenen Temperaturen im Verlauf des Experiments.	163
Abbildung 121: FG10 Bandenverschiebung in der Dampfzone (links) und Lösungszone (rechts) bei verschiedenen Temperaturen im Verlauf des Experiments.	164
Abbildung 122: Veränderung des Risswiderstands (ΔCR) der Ausgangsgläser nach 18 Monaten Lagerung unter normalen atmosphärischen Bedingungen ($21^{\circ}\text{C} \pm 4^{\circ}\text{C}$ und $40\% \text{rF} \pm 5\%$, Luftseiten links, Badseiten rechts). Während es auf den Luftseiten zunehmend erst bei Aufbringung höherer Kräfte zur Rissbildung kommt, ist dieser Effekt auf der Badseite weniger stark ausgeprägt und es kommt sogar bei drei Gläsern zur früher einsetzenden Rissbildung. Einige Proben (z.B. FG8, FG9 und FG12 auf der Luftseite) zeigen im Messbereich bis 1500 mN keine Rissbildung mehr, der exakte Differenzwert ist somit nicht bestimmbar.	166
Abbildung 123: Unterschiedliche Pattern durch Auslaugung und Verwitterung auf der Glasoberfläche oben (verändert nach (26)), sowie durch azidische und basische Korrosion unten (verändert nach (112)).	169
Abbildung 124: Kreisförmige Strukturen und Lösungserscheinungen auf Probe FG10 (Meerwasser, 85°C) in der Dampfzone.	173
Abbildung 125: Gewichtsverlust der Proben des beendeten Langzeitversuchs nach 3 Monaten Trocknungszeit. Es wird in dieser Abbildung eine Lösung mit hoher Ionenkonzentration (Meerwasser) einer Lösung mit sehr geringem Ausgangsgehalt an Ionen (deionisiertes Wasser) gegenübergestellt.	176
Abbildung 126: Verhältnis MgO/CaO in der Zusammensetzung der Ausgangsproben. Die Proben FG9 und FG10 unterscheiden sich deutlich von FG1, was sich in der Stabilität im Verlauf des Langzeitversuches widerspiegelt.	177
Abbildung 127: Durch zyklische Veränderung der Korrosionsbedingungen kommt es zunächst zur Hydratisierung und anschließendem Abtrocknen verbunden mit Schrumpfungsmechanismen der Oberfläche. Die alterierte Schicht löst sich vom Bulk-Glas und Wasser kann eindringen. Es kommt zur Ausbildung von lokalen Lösungsformen durch teils stark erhöhte pH-Wert in den Zwischenräumen der Schichten. Es kann in Abhängigkeit von der Zusammensetzung der Lösung, des pH-Wertes und der Dauer bzw. Intensität der Befeuchtung zur weiteren Ausbildung einer Gelschicht oder auch zur Ausfällung von Neokristalliten kommen. Dies beeinflusst wiederum die weitere Benetzbarkeit der Oberfläche und somit ihre Korrosionsanfälligkeit.	180
Abbildung 128: Tropfen auf der Glasoberfläche. Je nach Benetzungswinkel kann die Kontaktfläche auf dem Glas (SA) größer oder kleiner sein.	182
Abbildung 129: Das Verhältnis von Oberfläche zur Lösung SA/V steigt stark an, umso kleiner der Tropfen auf der Glasoberfläche ist. Eine schnelle pH-Wert-Erhöhung und damit verbunden eine erhöhte Korrosionsrate sind die Folge.	182
A.10 Abbildung 130: Auslaugungskurven der Ausgangsproben FG1-FG26 bis 100nm Tiefe (SNMS).	222
B.9 Abbildung 131: Luftseite Probe FG8 im Verlauf der Experimente im Klimaschrank über eine Dauer von 25 Tagen. Ganz oben: Ausgangsprobe FG8 vor der experimentellen Behandlung, linke Spalte: FG8 während des Damp-Heat-Tests ($85/85$), rechte Spalte: FG8 während des zyklischen Kondensationstests (TEC).	249

B.10	tabelle 132: Luftseite der Probe FG26 im Verlauf der Experimente im Klimaschrank über eine Dauer von 25 Tagen. Ganz oben: Ausgangsprobe FG26 vor der experimentellen Behandlung, linke Spalte: FG26 während des Damp-Heat-Tests (85/85), rechte Spalte: FG26 während des zyklischen Kondensationstests (TEC).	252
Abbildung 133:	FG1 nach deion. Wasser im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).	275
Abbildung 134:	FG1 nach Meerwasser im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).	276
Abbildung 135:	FG1 nach Sulfatlösung im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).	277
Abbildung 136:	FG8 nach deion. Wasser im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).	278
Abbildung 137:	FG8 nach Meerwasser im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).	279
Abbildung 138:	FG8 nach Sulfatlösung im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).	280
Abbildung 139:	FG9 nach deion. Wasser im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).	281
Abbildung 140:	FG9 nach Meerwasser im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).	282
Abbildung 141:	FG9 nach Sulfatlösung im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).	283
Abbildung 142:	FG10 nach deion. Wasser im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).	284
Abbildung 143:	FG10 nach Meerwasser im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).	285
Abbildung 144:	FG10 nach Sulfatlösung im Temperaturverlauf von 4°C bis 85°C in der Dampfzone (linke Spalte) sowie in der Lösungszone (rechte Spalte).	286
C.11	Abbildung 145: Transmissionskurven (linke Spalte) und Reflexionskurven (rechte Spalte) der Probe FG1 nach 500 Tagen Langzeitexperiment in verschiedenen Lösungen.	287
C.12	Abbildung 146: Transmissionskurven (linke Spalte) und Reflexionskurven (rechte Spalte) der Probe FG8 nach 500 Tagen Langzeitexperiment in verschiedenen Lösungen.	288
C.13	Abbildung 147: Transmissionskurven (linke Spalte) und Reflexionskurven (rechte Spalte) der Probe FG9 nach 500 Tagen Langzeitexperiment in verschiedenen Lösungen.	289
C.14	Abbildung 148: Transmissionskurven (linke Spalte) und Reflexionskurven (rechte Spalte) der Probe FG10 nach 500 Tagen Langzeitexperiment in verschiedenen Lösungen.	290
C.16	Abbildung 149: Auslaugungskurven der Luftseite von Probe FG1, 500 Tage in deionisiertem Wasser bei 4°C, 20°C, 60°C und 85°C. In der linken Spalte die Tiefenprofile der Dampfzone oberhalb des Wasserspiegels, in der rechten Spalte die Tiefenprofile aus der Lösungszone im Wasser.	294
C.17	Abbildung 150: Auslaugungskurven der Luftseite von Probe FG1, 500 Tage in synthetischem Meerwasser bei 4°C, 20°C, 60°C, 85°C und 105°C. In der linken Spalte die Tiefenprofile der Dampfzone oberhalb des Wasserspiegels, in der	

rechten Spalte die Tiefenprofile aus der Lösungszone im Wasser sowie mittig zum Schluss die Probe komplett in Lösung bei 105°C.	295
C.18 Abbildung 151: Auslaugungskurven der Luftseite von Probe FG1, 500 Tage in Sulfatlösung bei 4°C, 20°C, 60°C und 85°C. In der linken Spalte die Tiefenprofile der Dampfzone oberhalb des Wasserspiegels, in der rechten Spalte die Tiefenprofile aus der Lösungszone im Wasser.	297
C.19 Abbildung 152: Auslaugungskurven der Luftseite von Probe FG8, 500 Tage in deionisiertem Wasser bei 4°C, 20°C, 60°C und 85°C. In der linken Spalte die Tiefenprofile der Dampfzone oberhalb des Wasserspiegels, in der rechten Spalte die Tiefenprofile aus der Lösungszone im Wasser.	298
C.20 Abbildung 153: Auslaugungskurven der Luftseite von Probe FG8, 500 Tage in synthetischem Meerwasser bei 4°C, 20°C, 60°C und 85°C. In der linken Spalte die Tiefenprofile der Dampfzone oberhalb des Wasserspiegels, in der rechten Spalte die Tiefenprofile aus der Lösungszone im Wasser. Zum Schluss mittig die komplett in Lösung gegangene Probe bei 105°C.	300
C.21 Abbildung 154: Auslaugungskurven der Luftseite von Probe FG8, 500 Tage in Sulfatlösung bei 4°C, 20°C, 60°C und 85°C. In der linken Spalte die Tiefenprofile der Dampfzone oberhalb des Wasserspiegels, in der rechten Spalte die Tiefenprofile aus der Lösungszone im Wasser.	301
C.22 Abbildung 155: FTIR-Kurven der Probe FG1 Luftseite 500Tage Langzeitexperiment.	302
C.23 Abbildung 156: FTIR-Kurven der Probe FG8 Luftseite 500Tage Langzeitexperiment.	303
C.24 Abbildung 157: FTIR-Kurven der Probe FG9 Luftseite 500Tage Langzeitexperiment.	304
C.25 Abbildung 158 : FTIR-Kurven der Probe FG10 Luftseite 500Tage Langzeitexperiment.	305

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: IR- bzw. IRRS-Absorptionsbanden der Molekülgruppen (Deformationsschwingung = Biegeschwingung = bending; Streckschwingung = Valenzschwingung = stretching)	48
Tabelle 2: Zusammenfassung der Parameter des Damp-Heat-Tests (85/85 Test) im Klimaschrank.	54
Tabelle 3: Parameter des Langzeitversuchs über 500 Tage.	58
Tabelle 4: Zusammensetzungen der wässrigen Lösungen des Langzeitversuchs. Das deionisierte Wasser enthält keine Ionen, während der Natriumsulfatlösung die Verbindung Na_2SO_4 in der Menge zugesetzt wurde, in der sie auch im künstlichen Meerwasser vorzufinden ist.	58
Tabelle 5: Eisengehalte, Farbmesswerte und solare Transmission der Proben FG1 – FG16.	65
Tabelle 6: Zusammensetzung der Gläser FG8 und FG26.	87
Tabelle 7: Zusammensetzung der Proben FG1, FG8, FG9 und FG10 (gemessen per La- ICPMS).	110
A.1 Tabelle 8: chemische Zusammensetzung der Ausgangsproben (La-ICPMS Rohdaten)	184
A.1 Tabelle 9: chemische Zusammensetzung der Ausgangsproben (La-ICPMS Rohdaten) (Fortsetzung)	185
A.1 Tabelle 10: chemische Zusammensetzung der Ausgangsproben (La-ICPMS Rohdaten) (Fortsetzung)	186
A.2 Tabelle 11: Materialkonstanten und -eigenschaften der Ausgangsproben	187
A.3 Tabelle 12: Materialkonstanten und -eigenschaften der Ausgangsproben (Fortsetzung)	188
A.4 Tabelle 13: Rissbildung der Ausgangsproben FG1-FG26 (Indentation)	189
A.5 Tabelle 14: mechanische Eigenschaften der Ausgangsproben FG1-FG26 (Indentation)	190
A.6 Tabelle 15: Indentation Messwerte aller Kräfte (300-1500mN) der Ausgangsproben FG1-FG26, Luftseite	191
A.7 Tabelle 16: Indentation Messwerte aller Kräfte (300-1500mN), Ausgangsproben FG1-FG26, Badseite	203
A.8 Tabelle 17: optische Eigenschaften der Ausgangsgläser FG1-FG26 (UV/Vis- Spektroskopie)	215
A.9 Tabelle 18: chemische Auslaugung der Ausgangsgläser FG1 - FG26 (SNMS)	216
B.1 Tabelle 19 Rissbildung Klimaexperimente (Probe FG8 und FG26)	223
B.2 Tabelle 20 mechanische Eigenschaften Klimaexperimente (Probe FG8 und FG26)	224
B.3 Tabelle 21: Indentation Messwerte aller Kräfte (300-1500mN) FG8, Luftseite, zyklischer Kondensationstest	225
B.4 Tabelle 22: Indentation Messwerte aller Kräfte (300-1500mN) FG8, Luftseite, Damp- Heat-Test	230
B.5 Tabelle 23: Indentation Messwerte aller Kräfte (300-1500mN) FG26, Luftseite, zyklischer Kondensationstest	235
B.6 Tabelle 24: Indentation Messwerte aller Kräfte (300-1500mN) FG26, Luftseite, Damp-Heat-Test	240

B.7 Tabelle 25 Tabelle optische Eigenschaften Klimaexperimente (Probe FG8 und FG26) (UV/Vis-Spektrometrie)	245
B.8 Tabelle 26: chemische Auslaugung Klimaexperimente (Probe FG8 und FG26) (SNMS)	246
C.1 Tabelle 27: Gewichtsveränderung der Proben nach dem Langzeitversuch im Vergleich zum Ausgangsgewicht vor der Einlagerung	253
C.2 Tabelle 28: Verhältnis der Glasoberfläche zum Lösungsvolumen SA/V im Langzeitversuch.	255
C.3 Tabelle 29: pH-Werte der Lösungen im Langzeitversuch nach Entnahme der Proben.	256
C.4 Tabelle 30: gelöste Ionen in den Lösungen des Langzeitversuchs nach Entnahme der Proben.	256
C.5 Tabelle 31 Rissbildung und mechanische Eigenschaften FG1 im Langzeitexperiment	259
C.6 Tabelle 32 Rissbildung und mechanische Eigenschaften FG8 im Langzeitexperiment	261
C.7 Tabelle 33 Rissbildung und mechanische Eigenschaften FG9 im Langzeitexperiment	263
C.8 Tabelle 34 Rissbildung und mechanische Eigenschaften FG10 im Langzeitexperiment	265
C.9 Tabelle 35: optische Eigenschaften Langzeitexperiment	267
C.15 Tabelle 36: chemische Auslaugung Langzeitexperiment (FG1 und FG8)	291

Literaturverzeichnis

1. **Cunliffe, B.** *Illustrierte Vor- und Frühgeschichte Europas*. s.l. : Campus Verlag, 1996.
2. **Dittmayer, P.** *Die Kulturgeschichte des Glases*. Egelsbach : Fouque Literaturverlag, 2002.
3. **Pfaender, H. G.** *Schott Glaslexikon*. München : Moderne Verlags GmbH, 1980.
4. *A World of Glass*. **McFarlane, A. und Martin, G.** 2004, Science 305, S. 1407-1408.
5. **DIN ISO 12591-1**. Glas. Begriffe für Glasarten und Glasgruppen. 2009.
6. **Scholze, H.** *Glas - Natur, Struktur und Eigenschaften*. Berlin Heidelberg : Springer Verlag, 1988.
7. **Zachariasen, W. H.** The atomic arrangement in glass. *Journal of the American Ceramic Society* 54. 1932, S. 3841 - 3851.
8. **Gorbachev, V. V. et al.** An X-Ray Spectral Study of the State of Magnesium Ions in Sodium Magnesium and Sodium Calcium Magnesium Silicate Glasses. *Sov. J. Glass Phys. Chem.* 9. 1983, S. 447-452.
9. **Paul, A.** *Chemistry of Glasses*. New York : Chapman and Hall, 1990.
10. —. Chemical Durability of Glasses; a Thermodynamic Approach. *Journal of Materials Science* 12. 1977, S. 2246-2268.
11. **Nölle, G.** *Technik der Glasherstellung*. Frankfurt/Mail : Harri Deutsch, 1979.
12. **Müller-Fildebrandt, C.** *Wechselwirkung von Zinnschmelze und Floatglas*. Clausthal : Dissertation, Fakultät für Bergbau, Hüttenwesen und Maschinenwesen, 2000.
13. **Le Bourhis, E.** *Glass - Mechanics and Technology*. Weinheim : Wiley-VCH Verlag, 2008.
14. **Colombin, L., et al.** Penetration depth of tin in float glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 1977, 24, S. 253-258.
15. **Lamoureux, F., et al.** Ion beam analysis of float glass surface composition. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 1997, 212, S. 232-242.
16. **Frischat, G.H., et al.** On the origin of the tin hump in several float glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2001, Bde. 1-3, 283, S. 246-249.
17. **Williams, K. F. E., et al.** Characterization of tin at the surface of float glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 1998, Bde. 2-3, 242, S. 183-188.

18. **Gonzales Rodriguez, J. A. und Hand, R. J.** Evolution of the modulus and hardness of the tin and air sides of float glass as a function of hydration time. *Eur. J. Glass Science Technology* 54 (1). 2013, S. 36-41.
19. **H. He, L. Qian, C. G. Pantano, S. H. Kim.** Mechanochemical Wear of Soda Lime Silica Glass in Humid Environments. *J. Am. Ceram. Soc.* 2014, 97 (7), S. 2061-2068.
20. **Paul, A. und Zaman, M. S.** The Relative Influences of Al₂O₃ and Fe₂O₃ on the Chemical Durability of Silicate Glasses at Different pH Values. *Journal of Materials Science* 13. 1978, S. 1499-1502.
21. **Conradt, R.** Chemical Durability of Oxide Glasses in Aqueous Solutions: A Review. *Journal of the American Ceramic Society* 91 (3). 2008, S. 728-735.
22. **Wang F. F., Tooley F. V.** Detection of Reaction Products between Water and Soda-Lime-Silica Glass. *Journal of the American Ceramic Society* 41 (11). 1958, S. 467-469.
23. **Bacon F. R., Calcamuggio G. L.** Effect of Heat Treatment in Moist and Dry Atmospheres on Chemical Durability of Soda-Lime Glass Bottles. *American Ceramic Society Bulletin* 46 (9). 1967, S. 850-855.
24. **Tsuchihashi S., Sekido E.** On the Dissolution of Na₂O-CaO-SiO₂ Glass in Acid and Water. *Bulletin of the Chemical Society Japan* 32 (8). 1959, S. 868-872.
25. **Walker, M. M.** *An Investigation into the Bonding Mechanism of Bioglass, Ph.D. Dissertation.* Univ. of Fla. : s.n., 1977.
26. **Clark, D. E., Pantano, C. G. und Hench, L. L.** *Corrosion Of Glass.* New York : Magazines for Industry, Inc., 1979.
27. **Vogel, W.** *Struktur und Kristallisation der Gläser.* Leipzig : VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1971.
28. **Griffith, A. A.** The Phenomena of Rupture and Flow in Solids. *Phil. Trans. Roy. Soc. London A* 221 . 1920, S. 163-198.
29. **Littleton, J. T.** A New Method for Measuring the Tensile Strength of Glass. *Phys. Rev.* 22. 1923, S. 510-516.
30. **Gehlhoff, G. und Thomas, M.** Die physikalischen Eigenschaften der Gläser in Abhängigkeit von der Zusammensetzung. II, die mechanischen Eigenschaften der Gläser. *Z. techn. Physik* 7. 1926, S. 105-126.
31. **Poncelet, E. F.** Fracture and Comminution of Brittle Solids. *Metals Technol.* 11. 1944.

32. Williams, H. S. und Weyl, W. A. *Glass Ind.* 35. 1945, S. 347.
33. Persson, H.R. *Glass Technol.* 3. 1962, S. 17.
34. Yue, Y., von der Ohe, R. und Jensen, S. L. Fictive Temperature, cooling rate and viscosity of glasses. *Journal of chemical Physics.* 2004, 120 (17).
35. Goodman, O. und Derby, B. The mechanical Properties of Float Glass Surfaces measured by Nanoindentation and Acoustic Microscopy. *Acta Materialia* 59. 2011, S. 1790-1799.
36. El-Shamy, T. M. *Ph.D. Thesis.* s.l. : University of Sheffield, 1966.
37. *Entwicklung Solarmarkt weltweit.* [Online] 2016. [Zitat vom: 10. Juli 2017.] <http://www.solarbranche.de/ausbau/welt>.
38. PV Solar Report. *Expect More Rapid Growth for the Solar PV Industry: 100 GW Annually by 2018.* [Online] 20. März 2014. [Zitat vom: 10. Juli 2017.] <https://www.pvsolarreport.com/rapid-growth-for-solar-pv-may-reach-100-gw-annually-2018/>.
39. Quaschnig, Volker. Erneuerbare Energien und Klimaschutz. [Online] Februar 2017. [Zitat vom: 10. Juli 2017.] <https://www.volker-quaschnig.de/datserv/pv-welt/index.php>.
40. Mojave Solar Project. *National Renewable Energy Laboratory.* [Online] 1.. Juli 2015. [Zitat vom: 18.. Juli 2017.] https://www.nrel.gov/csp/solarpaces/project_detail.cfm/projectID=57.
41. Burrows, K. und Fthenakis, V. Glass Needs for a Growing Photovoltaic Industry. *Solar Energy Materials & Solar Cells.* 2015, 132, S. 455-459.
42. Solargrafik. <http://www.solargrafik.de>. [Online] [Zitat vom: 07. August 2017.] <http://www.solargrafik.de/pv.html>.
43. <https://photovoltaiksolarstrom.com>. *photovoltaiksolarstrom.com.* [Online] Hanns-Stefan Finke, 2017. [Zitat vom: 4. Oktober 2017.] <https://photovoltaiksolarstrom.com/aufbau-photovoltaik/photovoltaikmodule/modulaufbau/>.
44. Mertens, Konrad. *Photovoltaik: Lehrbuch zu Grundlagen, Technologie und Praxis.* München : Carl Hanser Verlag GmbH, 2015.
45. Mink, G., Aboabboud, M. M. und Karmazsin, E. Air Blown Solar Still with Heat Recycling. *Solar Energy.* 62, 1998, 4, S. 309-317.

46. **A. Koike, S. Akiba, T. Sakagami, K. Hayashi, S. Ito.** Difference of Cracking Behavior due to Vickers Indentation between Physically and Chemically Tempered Glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2012, 358, S. 3438-3444.
47. **San Vicente, G., et al.** Long-term Durability of Sol-Gel Porous Coatings for Solar Glass Covers. *Thin Solid Films* 517. 2009, S. 3157-3160.
48. **Barkatt, A., et al.** Leaching of natural and nuclear waste glass in sea water. *Applied Geochemistry Vol. 4*. 1989, S. 593-603.
49. **McGrail, B. P., et al.** Potential for Carbon Dioxide sequestration in flood basalts. *Journal of Geophysical Research* 111, B12201, doi: 10.1029/2005JB004169. 2006.
50. **Gislason, S. R., et al.** Permanent CO₂ sequestration into basalt: the Hellisheidi, Iceland project. *Geophysical Research Abstracts* 9, 07153. *European Geoscience Union General Assembly 2007 Vienna, Austria*. 2007.
51. **Matter, J. M., Takahashi, T. und Goldberg, D.** Experimental evaluation of in-situ CO₂-water-rock reaction during CO₂ injection in basaltic rocks: Implications for geological CO₂ sequestration. *Geochemistry Geophysics Geosystems* 8, Q02001, doi:10.1029/2006GC001427. 2007.
52. **Flaathen, T. K., Oelkers, E. H. und Gislason, S.** The effect of aqueous sulphate on basaltic glass dissolution rates. *Mineralogical Magazine* 72 (1). 2008, S. 39-41.
53. **Laue, S.** *Klimaeinfluß auf die Zerstörung von Baudenkmälern durch lösliche Salze am Beispiel des Grottensaals im Neuen Palais, Potsdam.* Brandenburgische Umwelt Berichte (BUB) 8. 2000. S. 191-196.
54. *Crystallisation Properties of Salt Mixtures: Comparison of Experimental Results and Model Calculations.* **Steiger, M. und Zeunert, A.** 1996. Proceedings of the 8th international congress on deterioration and conservation of stone. S. 535-544.
55. **Jordan, D. C. und Kurtz, S. R.** Photovoltaic Degradation Rates - An analytical Review. *Prog. Photovolt. Res. Appl.* 2013, 21, S. 12-29.
56. *A Framework for a Comparative Accelerated Testing Standard for PV Modules.* **Kurtz, S., et al.** Tampa, Florida : s.n., 2013. 39th IEEE Photovoltaic Specialists Conference.
57. **Peike, C., Hoffmann, S. und Hülsmann, P.** Origin of Damp-Heat Induced Cell Degradation. *Sol. Energy Mat. Sol. Cells*. 2013, 116, S. 49-54.

58. **Osterwald, CR und McMahon, T.J.** History of accelerated and qualification testing of terrestrial photovoltaic modules: a literature review. *Prog. Photovolt Res. Appl.* 2009, 17, S. 11-33.
59. *Assessing Photovoltaic Module Degradation and Lifetime from long-term Environmental Tests.* **Otth, D. H. und Ross, R. G.** Los Angeles, CA : s.n., 1983. Proceedings of the 29th Institute Environmental Sciences Technical Meeting.
60. *An accurate method of determining the hardness testing of the materials with particular reference to those of high degree of hardness.* **Smith R. L., Sandland G. E.** 1922, Proc. Inst. Mechanical Engineers 1, S. 623–641.
61. **Cook, Robert F. und Pharr, George M.** Direct Observation and Analysis of Indentation Cracking in Glasses and Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society* 73 (4). 1990, S. 787-817.
62. **Wada, M., Furukawa, H. und Fujita, K.** *Proc. X Int. Congr. Glass 11.* 1974, S. 39-41.
63. **Kato, Y., et al.** Effect of Densification on Crack Initiation under Vickers Indentation Test. *Journal of Non-Crystalline Solids* 356. 2010, S. 1768-1773.
64. **Sehgal, J., et al.** Brittleness of Glasses by Indentation. *Journal of Materials Science Letters* 14 . 1995, S. 167-169.
65. **Bargel, H. J. und Schulze, G.** *Werkstoffkunde.* Düsseldorf : VDI Verlag, 1988.
66. **Gerberich, W. W., et al.** Interpretations of Indentation Size Effects. *Journal of Applied Mechanics.* 69, 2002, S. 433-442.
67. **Niihara, K., Morena, R., Hasselman, H.** Evaluation of K_{Ic} of brittle Solids by the Indentation Method with low Crack-to-indent Ratios. *Journal of Materials Science Letters* 1. 1982, S. 13-16.
68. **Wada, M., Furukawa, H. und Fujita, K.** Crack resistance of glass on Vickers indentation. *Proc. X Int. Congr. Glass 11.* 1974, S. 39-41.
69. **Lawn, B. R. und Marshall, D. B.** Hardness, Toughness and Brittleness: An Indentation Analysis. *Journal of the American Ceramic Society* 62 (7-8). 1979, S. 347-350.
70. **Hunold, K. und Brückner, R.** Physikalische Eigenschaften und struktureller Feinbau von Natrium-Alumosilicatgläsern und -schmelzen. *Glasech. Ber.* 53. 1980, S. 149-161.
71. **Mysen, B. O.** The Structure of Silicate Melts. *Annual Review of Earth and Planetary Science* 11. 1983, S. 75-97.

72. **Mysen, B.** Water-melt interaction in hydrous magmatic systems at high temperature and pressure. *Progress in Earth and Planetary Science*. 2014.
73. **Zarzycki, J.** *Glasses and the Vitreous State*. Cambridge : Cambridge University Press, 1991.
74. **Scholze, H.** Der Einbau des Wassers in Gläsern. *Glastech. Ber.* 32. 1959.
75. **DIN EN 410:1998.** Bestimmung der Lichttechnischen und Strahlungsphysikalischen Kenngrößen von Verglasungen. 1998.
76. **Reference Solar Spectral Irradiance: Air Mass 1.5. National Renewable Energy Laboratory.** [Online] [Zitat vom: 13.. Juli 2017.]
<http://rredc.nrel.gov/solar/spectra/am1.5/>.
77. **Traverse, J.-P., Toganidis, T. und Ades, C.** Spectrophotometric Analysis of ferrous, ferric and total iron content in soda-lime-silica glass. *Glastechnische Berichte* 65 (8). 1992, S. 201-206.
78. **Commission International de L'Eclairage.** Colorimetry. *CIE Pub. 15.2*. 2nd ed., 1986, S. 29-58.
79. **MacAdam, D. L.** The theory of the maximum visual efficiency of color materials. *J. Opt. Soc. Am.* 25. 1935, S. 249.
80. **Schrödinger, E.** Theorie der Pigmente von größter Leuchtkraft. *Ann. Physik (IV)* 62. 1920, S. 603.
81. **Rösch, S.** Darstellung der Farbenlehre für die Zwecke der Mineralogie. *Fortschr. Mineral. Krist. Petrogr.* 13. 1929, S. 143.
82. **B. Hill, Th. Roger, F. W. Vorhagen.** Comparative Analysis of the Quantization of Color Spaces on the Basis of the CIELAB Color-Difference Formula. *ACM Transaction on Graphics Vol. 16*. No. 2, April 1997, S. 109-154.
83. **M. R. Loo, B. Rigg.** BFD colour-difference formula. *JSDC* 103. 1987, S. 126-132; 86-94.
84. **Alman, D. H.** CIE Technical Committee 1-29. Industrial color difference evaluation. Progress Report. *Color Res. Appl.* 18. 1993, S. 137-139.
85. **Commission International de l'Eclairage.** Industrial color-difference Evaluation. *CIE Pub. 116*. 1995.
86. **Innocenzi, P.** Infrared Spectroscopy of sol-gel derived silica-based films: a spectro-microstructure overview. *Journal of Non-Crystalline Solids* 316. 2003, S. 309-319.

87. **De Bardi, M., R., Wiesinger und Schreiner, M.** Leaching studies of potash–lime–silica glass with medieval composition by IRRAS. *Journal of Non-Crystalline Solids* 360. 2013, S. 57-63.
88. **Davis KM., Tomozawa M.** An Infrared Spectroscopy Study of Water-related species in Silica Glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids* 201. 1996, S. 177-198.
89. **Günzler H., Böck H.** *IR-Spektroskopie - Eine Einführung. 2. überarbeitete Auflage.* s.l. : Verlag Weinheim, 1990.
90. **Almeida R.M., Guiton T.A., Pantano C.G.** Characterization of silica gels by Infrared reflection spectroscopy. *Journal of Non-Crystalline Solids* 121 . 1990, S. 193-197.
91. **Pai, P.G., Chao, S. S. und Takagi, Y.** Infrared Spectroscopy study of SiO_x films produced by Plasma enhanced chemical vapor deposition. *J. Vac. Sci. technol. A* 4 (3). 1986, S. 659-694.
92. **Yoshino H., Kamiya K., Nasu H.** IR study on the structural evolution of sol-gel derived SiO₂ gels in the early stage of conversion to glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids* 126. 1990, S. 68-78.
93. **Keyence GmbH.** www.keyence.com. *3D-Laserscan-Farbmikroskope Modellreihe VK-9700 Generation II Produktionformation.* [Online] 2011.
94. **Oechsner H., Stumpe E.** Sputtered Neutral Mass Spectrometry (SNMS) as a Tool for Chemical Surface Analysis and Depth Profiling. *Applied Physics* 14. 1977, S. 43-47.
95. **DIN EN 61215:2005.** Terrestrische Kristalline Silizium-Photovoltaik-Module - Bauarteignung und Bauartzulassung. 2005.
96. **Quick-Ohm Küpper & Co. GmbH.** <http://www.quick-ohm.com>. [Online]
97. **Kester, D. R., et al.** Preparation of Artificial Seawater. *Limnology & Oceanography* 12. 1967, S. 176-179.
98. **ASTM D1141-98 (2013)** Standard Practice for the Preparation of Substitute Ocean Water.
99. **Frischat, G. H., et al.** Hydration and Corrosion of Polymerised Aluminosilicate Glasses. *Physics and Chemistry of Glasses: European Journal of Glass Science and Technology Part B* 51 (2). 2010, S. 107-116.
100. **Gentaz, L., et al.** Impact of neocrystallisations on the SiO₂-K₂O-CaO glass degradation due to atmospheric dry depositions. *Atmospheric Environment* 55. 2012, S. 459-466.

101. **Munier, I., et al.** Influence of polluted urban atmosphere on the weathering of low durability glasses. *Glass Technology* 43 (6). 2002, S. 225-237.
102. **Nebel, Holger.** *Kontrollierte Fällung von CaCO₃ in einem modular aufgebauten Kristallisationsreaktor (Dissertation).* s.l. : Institut für Anorganische Chemie der Universität Duisburg-Essen, 2008.
103. **Chen, H. und Park, J. W.** *Phys. Chem. Glasses* 22 (2). 1982, S. 39-42.
104. **Vacher, R., et al.** A Brillouin scattering study of glasses of various fictive temperatures. *Journal of Material Science*. 1974, 9 (5), S. 829-834.
105. **Williams, P. B.** Predicting Corrosion. [Buchverf.] D. E. Clark und B. K. Zoitos. *Corrosion of Glass, Ceramics and Ceramic Superconductors*. 1992, S. 29-50.
106. **Bradley, L. C., et al.** Hydronium Ions in Soda-Lime Silicate Glass Surfaces. *J. Am. Ceram. Soc.* 2013, 96 (2), S. 458-463.
107. **Dohmen, L., et al.** Pattern Formation in Silicate Glass Corrosion Zones. *International Journal of Applied Glass Science* 4 (4). 2013, S. 357-370.
108. **Neeway, J., et al.** Vapor Hydration of SON68 Glass from 90°C to 200°C: A Kinetic Study and Corrosion Products Investigation. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2012, 358, S. 2894-2905.
109. **Cailleteau, C., et al.** Insight into silicate-glass corrosion mechanisms. *Nature Materials* 7. 2008, S. Nature Materials 7.
110. *Origin and Consequences of Silicate Glass Passivation by Surface Layers.* **Gin, S., et al.** **2015, nature communications.**
111. **Chen, C. T. A. und Marshall, W. L.** Amorphous Silica Solubilities IV. Behaviour in pure Water and Aqueous Sodium Chloride, Sodium Sulfate, Magnesium Chloride and Magnesium Sulfate Solutions up to 350°C. *Geichim. Cosmochim. Acta* 46 (2). 1982, S. 279-287.
112. **Tournié, A., Ricciardi, P. und Colomban, Ph.** Glass corrosion mechanisms: A multiscale analysis. *Solid State Ionics* 179. 2008, S. 2142–2154.
113. **Lombardo, T., Chabas, A. und Lefevre, R.-A. ,** Weathering of float glass exposed outdoors in an urban area, *Glass Technology* 46 (3). 2005.
114. **V. Guiheneuf, F. Delaleux, O. Riou, P.-O. Logerais, J.-F. Durastani.** Investigation of Damp Heat Effects on Glass Properties for Photovoltaic Applications. *Corrosion Engineering, Science and Technology*. 2016.

115. **Liesegang, R. E.** Über einige Eigenschaften von Gallerten. *Naturwissenschaftliche Wochenschrift* 11. 1896, S. 353-362.
116. **Ostwald, W.** Besprechung der Arbeit von Liesegangs A-Linien. *Physik. Chem.* 23. 1897, S. 365.
117. **Feeney, R., et al.** Periodic Precipitation and Coarsening Waves: Application of the Competitive Particle Growth Model. *J. Chem. Phys.* 78 (3). 1982, S. 1293.
118. **Grambow, B.** A General Rate Equation for Nuclear Waste Glass Corrosion. *MRS Online Proc. Library* 4 4. 1985.
119. **Valle, N., et al.** Elemental and Isotopic (^{29}Si and ^{18}O) Tracing of Glass Alteration Mechanism. *Geochimica et Cosmochimica Acta*. 2010, 74, S. 3412-3431.
120. **Frugier, P., et al.** SON68 nuclear glass dissolution kinetics: Current state of knowledge and basis of the new GRAAL model. *Journal of Nuclear Materials*. 2008, S. 8-21.
121. **Dultz, S., et al.** Electrolyte Effects on Surface Chemistry of Basaltic Glass in the Initial Stages of Dissolution. *Chemical Geology*. 2016, 426, S. 71-84.
122. **Strachan, D. M. und Neeway, J. J.** Effects of Alteration Product Precipitation on Glass Dissolution. *Applied Geochemistry*. 2014, 45, S. 144-157.
123. **Nielsen, K. H., et al.** Large Area, Low Cost Anti-Reflective Coating for Solar Glasses. *Solar Energy Materials & Solar Cells*. 2014, 128, S. 283-288.
124. **Gin, S., et al.** An international initiative on long-term behavior of high-level nuclear waste glass. *Materials Today*. 2013, Bd. 6, 16.
125. **Poinssot, C. und Gin, S.** Long-Term Behavior Science: the Cornerstone Approach for Reliably Assessing the Long-Term Performance of Nuclear Waste. *Journal of Nuclear Materials*. 2012, 420, S. 182-192.
126. **Abdelouas, A., et al.** A Preliminary Investigation of the ISG Glass Vapor Hydration. *International Journal of Applied Glass Science*. 2013, 4 (4), S. 307-316.
127. **Libourel, G., et al.** The Use of Natural and Archaeological Analogues for Understanding the long-term Behavior of Nuclear Glasses. *Comptes Rendus Geoscience*. 2011, 343, S. 237-245.
128. **Parruzot, B., et al.** Long-Term Alteration of Basaltic Glass: Mechanisms and Rates. *Geochimica et Cosmochimica Acta*. 2015, 154, S. 28-48.

129. **Hasdemir, I., et al.** A 2000-year perspective on Indentation Crack Resistance and Brittleness. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2015, 408, S. 51-56.
130. **Tadjiev, D.R. und Hand, R. J.** Surface Hydration and Nanoindentation of Silicate Glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2010, 356, S. 102-108.
131. **Vogt, M. R., et al.** Measurement of the optical constants of soda-lime glasses in dependence of iron content, and modeling of iron-related power losses in crystalline Si solar cell modules. *IEEE Journal of Photovoltaics*. 2015, Bd. 1, 6, S. 111-118.
132. **Stockmann, G. J., et al.** Do Carbonate Precipitates Affect Dissolution Kinetics? 1: Basaltic Glass. *Chemical Geology*. 2011, 284, S. 306-316.
133. **Künstler, K., et al.** Iron Behaviour in the Float Glass Manufacturing Process: Laboratory Investigations. *Glass Technol.: Eur. J. Glass Sci. Technol. A*. 2014, 55 (4), S. 105-118.
134. **Yoshida, S., et al.** Effects of Indenter Geometry on Indentation-induced Densification of Soda-Lime Glass. *Journal of the Materials Research Society* 25 (11). 2010, S. 2203-2211.
135. **Wang, C, et al.** Study of Surface Changes on Industrial Glasses with AFM, FE-SEM, EDX, SNMS and LM. *Glass Sci. Technol.* Bd. 3, 77.
136. **Verney-Carron, A., Gin, S. und Libourel, G.** A fractured roman glass block altered for 1800 years in seawater: Analogy with Nuclear Waste Glass in Deep Geological Repository. *Geochimica et Cosmochimica Acta*. 2008, 72, S. 5372-5385.
137. **Uchino, T., et al.** Prediction of Optical Properties of Commercial Soda-Lime-Silicate Glasses Containing Iron. *Journal of Non-Crystalline Solids* 261. 2000, S. 72-78.
138. **Sterpenich, J. und Libourel, G.** Water Diffusion in Silicate Glasses under Natural Weathering Conditions: Evidence from Buried Medieval Stained Glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids* 352. 2006, S. 5446-5451.
139. **Rubin, M.** Optical properties of soda lime silica glasses. *Solar Energy Materials*. 1985, Bd. 4, 12, S. 275-288.
140. **Rouxel, T.** Elastic Properties and Short-to Medium-range Order in Glasses. *Journal of the American Ceramic Society* 90 (10). 2007, S. 3019-3039.
141. **R. Hellmann, R. Wirth, D. Daval, J.-P. Barnes, J.-M. Penisson, D. Tisserand, T. Epicier, B. Florin, R. L. Hervig.** Unifying Natural and Laboratory Chemical weathering with Interfacial dissolution-reprecipitation: A study based on the nanometer-scale chemistry of fluid-silicate interfaces. *Chemical Geology*. 2012, 294-295, S. 203-216.

142. **Oliver, W. C. und Pharr, G. M.** Measurement of Hardness and Elastic Modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal Materials Research Vol. 19 No. 1.* 2004, S. 3-20.
143. —. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research Vol 7 No. 6.* 1992, S. 1564-1583.
144. **Le Parc, R., et al.** Influence of fictive temperature and composition of silica glass on anomalous elastic behaviour. *Journal of Physics: Condensed Matter.* 2006, Bd. 32, 18.
145. **Koike, A., et al.** Difference of Cracking Behavior due to Vickers Indentation between Physically and Chemically Tempered Glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids.* 2012, 358, S. 3438-3444.
146. **Kato, Y., et al.** Measurements of Density Distribution around Vickers Indentation on Commercial Aluminoborosilicate and Soda-Lime Silicate Glasses by Using Micro Raman Spectroscopy. *Journal of Non-Crystalline Solids.* 2012, 358, S. 3473-3480.
147. **Ito, S., et al.** Network and void Structures for Glasses with a higher Resistance to Crack Formation. *Journal of Non-Crystalline Solids.* 2012, 358, S. 3453-3458.
148. **Helsch, G., Hoyer, L. P. und Frischat, G. H.** Sol-Gel Synthesis of $\text{Na}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5$ Glasses and their Characterization by NMR, SNMS and AFM. *Journal of Sol-Gel Science and Technology* 33. 2005, S. 341-345.
149. **Helsch, G., Rädlein, E. und Frischat, G. H.** On the Origin of the Aging Process of Porous SiO_2 Antireflection Coating. *Journal of Non-Crystalline Solids* 265. 2000, S. 193-197.
150. **Helsch, G., et al.** Adherent Antireflection Coatings on Borosilicate Glass for Solar Collectors. *Glass Technology: European Journal of Glass Science and Technology Part A* 47 (5). 2006, S. 153-156.
151. **H. K. Raut, V. A. Ganesh, A. S. Nair, S. Ramakrishna.** Anti-reflective Coatings: A critical, in-depth review. *Energy & Environmental Science.* 2011, 4, S. 3779-3804.
152. **Girard, R., Faivre, A. und Despetis, F.** Influence of Water on Crack Self-Healing in Soda-Lime Silicate Glass. *J. Am. Ceram. Soc.* 2011, 94 (8), S. 2402-2407.
153. **Gentaz, L., et al.** Early Stage of Weathering of Medieval-like Potash-Lime Model Glass: Evaluation of Key Factors. *Environmental Science and Pollution Research* 18. 2011, S. 291-300.

154. **Garcia-Valles, M., et al.** Medieval Stained Glass in a Mediterranean Climate: Typology, Weathering and Glass Decay, and Associated Biomineralization Process and Products. *American Mineralogist* 88. 2003, S. 1996-2006.
155. **Douglas, R.W. und Isard, J.O.** J. Soc. Glass Tech. 33. 1949, S. 289.
156. **Deubener, J., et al.** Glasses for Solar Conversion Systems. *Journal of the European Ceramic Society* 29. 2009, S. 1203-1210.
157. **Deriano, S., et al.** The Indentation Fracture Toughness (K_{IC}) and its Parameters: The Case of Silica-rich Glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids* 344. 2004, S. 44-50.
158. **Deriano, S., et al.** Structure and Mechanical Properties of Alkali-Alkaline Earth-Silicate Glasses. *Physics and Chemistry of Glasses* 45 (1). 2004, S. 37-44.
159. **De Guzman, M. S., et al.** The Role of Indentation Depth on the Measured Hardness of Materials. *Materials Research Symposium Proceedings* 308. 1993, S. 613-618.
160. **Advocat, T., et al.** Long-term Alteration Mechanism in Water for SON68 Radioactive Borosilicate Glass. *Journal of Nuclear Materials* 298. 2001, S. 55-62.
161. **Abdelouas, A., et al.** A Preliminary Investigation of the ISG Glass Vapor Hydration. *International Journal of Applied Glass Science*. 2013, 4 (4), S. 307-316.
162. **Zygo Corporation. Surface Texture Parameters. Zygo Corp. (Middlefield, USA).** [Online] 06 2005. [Zitat vom: 21. 04 2011.]
<http://www.zygo.com/library/papers/SurfText.pdf>.
163. **Desertec Foundation. Red Paper - Das Desertec Konzept im Überblick.** www.desertec.org. [Online] 2011. [Zitat vom: 29. 4 2011.]
http://www.desertec.org/fileadmin/downloads/desertec-foundation_redpaper_3rd-edition_deutsch.pdf.
164. **DIN ISO 9689:1990(E).** Raw Optical Glass . Resistance to Attack by Aqueous Alkaline Phosphate-Containing Detergent Solutions at 50 °C - Testing and Classification. 1990.
165. **DIN ISO 10629:1996(E).** Raw Optical Glass - Resistance to Attack by Aqueous Alkaline Solutions at 50 °C - Test Method and Qualification. 1996.
166. **DIN ISO 8424:1996(E).** Raw Optical Glass - Resistance to Attack by Aqueous Acidic Solutions at 25 °C - Test Method Classification. 1996.
167. **DIN ISO 9050:2003(E).** Glass in Building - Determination of Light Transmittance, Solar Direct Transmittance, Total Solar Energy Transmittance, Ultraviolet Transmittance and Related Glazing Factors. 2003.

168. **DIN ISO 1776:1985.** Glass - Resistance to Attack by Hydrochlorid Acid at 100 °C; Flame Emission or Flame Atomic Absorption Spectrometric Method. 1985.
169. **DIN ISO 695:1991.** Glass - Resistance to Attack by a Boiling Aqueous Solution of Mixed Alkali - Method of Test and Classification. 1991.
170. **DIN ISO 719:1989.** Glass - Hydrolytic Resistance of Glass Grains at 98 °C - Method of Test and Classification. 1989.
171. **DIN EN 1096-3:2001 D.** Glas im Bauwesen - Beschichtetes Glas. *Teil 3: Anforderungen an und Prüfverfahren für BESchichtungen der Klassen C und D.* 2001.
172. **DIN EN 1096-2:2001.** Glas im Bauwesen - Beschichtetes Glas. *Teil 2: Anforderungen an und Prüfverfahren für Beschichtungen der Klassen A, B und S.* 2001.
173. **DIN 6174:2007-10.** Farbmétrische Bestimmung von Farbmazahlen und Farbabstnden im angenhert gleichfrmigen CIELAB-Farbenraum. 2007.
174. **DIN 5033-1:2009-05.** Farbmessung. 2009.

Danksagung

Ich danke Prof. Dr. Joachim Deubener für die Bereitstellung des Themas, die Betreuung der Arbeit sowie die zahlreichen Diskussionen und fruchtbaren Ideen. Darüber hinaus danke ich besonders Dr. Hansjörg Bornhöft, Dr. Gundula Hensch, Dr. Stefan Dultz und Prof. Dr. Harald Behrens für die stete Unterstützung und den ergiebigen Gedankenaustausch.

Ein großer Dank gilt allen Mitarbeitern der Professur für Glas und Glastechnologie des Instituts für nichtmetallische Werkstoffe für die freundschaftliche Zusammenarbeit und die anregenden Diskussionen. Ein besonderer Dank geht an Dipl. Ing. (FH) Thomas Peter, der mich bei meinen umfangreichen Messungen immer ohne Murren und unter großem Zeitaufwand unterstützt hat. Darüber hinaus danke ich allen Personen, die direkt oder indirekt mit ihrem Einsatz zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben, unter anderem auch Dr. Klaus Simon von der Uni Göttingen für die ICPMS-Messungen sowie Dr. Susanne Krüger für die freundschaftliche Unterstützung.

Ein großes Dankeschön geht außerdem an alle Freunde, die mich in der ganzen Zeit unterstützt haben, besonders Dr. Karolin Horn und Dr. Anne Schwedt mit ihren Familien.

Großer Dank gilt meiner Familie, ganz besonders meinen Eltern Christel und Bernhard Cramm für ihre Unterstützung, meinen Großeltern Anneliese und Raimund Cramm, sowie nicht zuletzt meinen Schwiegereltern Kirsten und Dieter Schulz, die maßgeblich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Meinem Mann Timo gebührt der größte Dank, da er in der ganzen Zeit immer hinter mir stand und für mich da war. Vielen Dank für Deine liebevolle Unterstützung auch in den gemeinsam durchgestandenen schweren Zeiten, die mir diese Arbeit nicht leichter gemacht haben.

Lebenslauf

Sandra Cramm

geboren am 04. September 1982 in Hannover

Schul Ausbildung:

1989 – 1995 Grundschule und Orientierungsstufe Bissendorf (Wedemark)

1995 – 2003 Gymnasium Mellendorf (Wedemark)

Hochschulausbildung:

2003 – 2009 Leibniz Universität Hannover

Studiengang: Geowissenschaften

Abschluss: Diplom-Geowissenschaftlerin (Dipl.-Geow.), Thema der Diplomarbeit: Milde Hydrothermalsynthese von Na-Cancrinit $\text{Na}_8[\text{AlSiO}_4]_6(\text{NO}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_4$ bei 60°C und Untersuchungen zur thermischen Stabilität.

Berufliche Tätigkeiten:

2007 – 2008 studentische Mitarbeiterin im Landesamt für Bergbau, Energie und Geologie (LBEG) im Geozentrum Hannover

2009 – 2012 wissenschaftliche Mitarbeiterin am Institut für nichtmetallische Werkstoffe (INW) der TU Clausthal, Professur für Glas und Glastechnologie

2012 – heute freiberufliche Autorin